

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-038656  
 (43)Date of publication of application : 12.02.1999

(51)Int.CI. G03G 5/06  
 G03G 5/06  
 G03G 5/05  
 G03G 5/05

(21)Application number : 09-190236 (71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD  
 (22)Date of filing : 15.07.1997 (72)Inventor : YAMADA WATARU  
 NUKADA KATSUMI  
 IWASAKI MASAHIRO

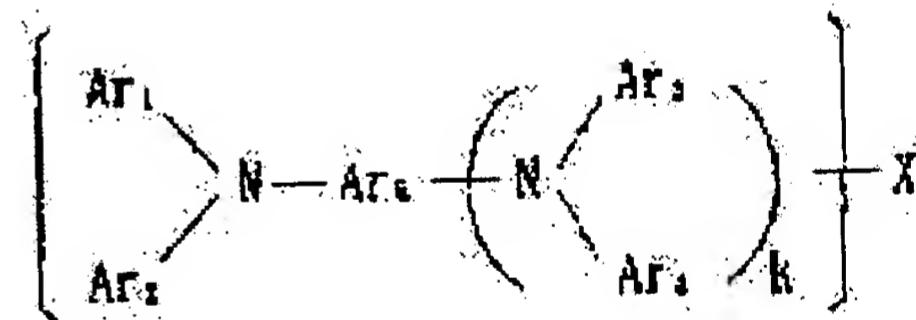
(30)Priority  
 Priority number : 08187932 Priority date : 17.07.1996 Priority country : JP  
 09129039 19.05.1997 JP

## (54) ELECTROPHOTOGRAPHIC PHOTORECEPTOR

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electrophotographic photoreceptor having enhanced mechanical strength, high sensitivity and good resistance to circumstantial changes by using a compound superior in solubility, film-forming property and compatibility and forming a strong film.

SOLUTION: This photoreceptor provided with plural layers contains in one of the layers at least one kind of fluorine compound, if necessary and at least one kind of compound represented by the formula, in which each of Ar1-Ar4 is, independently, an aryl group, and Ar5 is an aryl or arylene group; X is a group of  $-Y-Si(R1)(3-a)O(R2)a$ ; R1 is an H atom or an alkyl or aryl group; R2 is an H atom or an alkyl or trialkylsilyl group; (a) is 1, 2, or 3; Y is a divalent group excluding the ones having an H atom linking directly to a hetero atom, for example,  $-CONH-$  and  $-NH-$ ; and (k) is 0 or 1.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

09.09.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3264218  
[Date of registration] 28.12.2001  
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

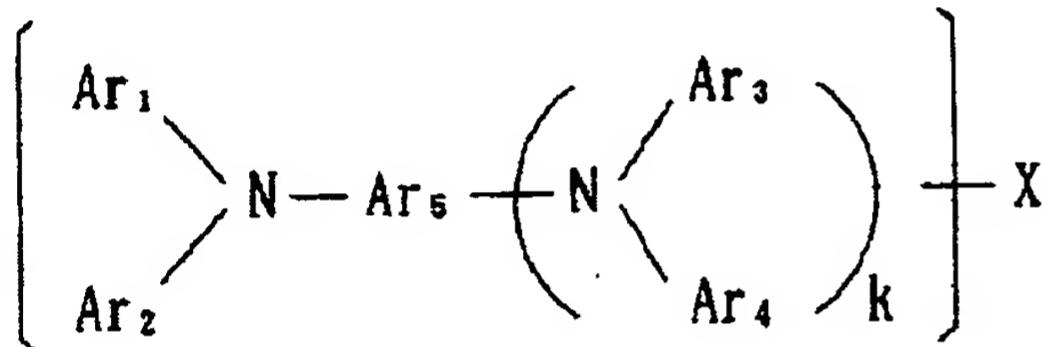
## CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The electrophotography photo conductor characterized by containing at least one or more sorts of compounds by which at least one layer of two or more aforementioned layers is expressed with the following general formula (I) in the electrophotography photo conductor formed in two or more layers.

[Formula 1]

一般式(I)



The inside of a formula, and Ar1 - Ar4 The aryl group which is not replaced [ substitution or ] is shown independently, respectively, and it is Ar5. The aryl group or arylene machine which is not replaced [ substitution or ] is shown. X is - Y-SiR1(3-a) (OR2) a. The substituent shown is shown and it is R1 here. The aryl group which is not replaced [ hydrogen, an alkyl group, substitution, or ] is shown, and it is R2. Hydrogen, an alkyl group, and a trialkylsilyl group are shown, a shows the integer of 1-3, and Y shows a divalent basis. However, Y does not contain the divalent basis which has the hydrogen atom coupled directly with the hetero atom. k shows 0 or 1. X is Ar1, Ar2, and Ar5, when k is 0. When it combines with any 1-3 pieces and k is 1, it is Ar1 - Ar5. It combines with any 1-4 pieces.

[Claim 2] The electrophotography photo conductor according to claim 1 with which the layer containing at least one or more sorts of compounds expressed with the aforementioned general formula (I) is further characterized by a fluorine content compound containing at least one or more sorts.

[Claim 3] The electrophotography photo conductor according to claim 1 or 2 with which Y is characterized by containing the arylene machine which is not replaced [ -(CH<sub>2</sub>)<sub>x</sub>, -(Cx'H<sub>2</sub>x'-2)- -(Cx''H<sub>2</sub>x''-4)-, substitution, or ], - CH=N-, -O-, and at least one or more sorts of -COO- in the aforementioned general formula (I). However, integer, x', and x'' of x of 1-15 are the integer of 2 to 15, respectively.

[Claim 4] The electrophotography photo conductor according to claim 2 or 3 characterized by the aforementioned fluorine content compound being a fluorine content silane coupling agent.

[Claim 5] The electrophotography photo conductor according to claim 1 to 4 characterized by the layer containing at least one or more sorts of compounds expressed with the aforementioned general formula (I) containing further at least one or more sorts of material which is expressed with the aforementioned general formula (I), and in which a compound and compatibility are possible.

[Claim 6] The electrophotography photo conductor according to claim 5 characterized by the material which is expressed with the aforementioned general formula (I), and in which a compound and compatibility are possible being insulating polymer.

[Claim 7] The electrophotography photo conductor according to claim 1 to 4 with which all material that constitutes the layer containing at least one or more sorts of compounds expressed with the aforementioned general formula (I) is characterized by being the material which can dissolve mutually.

[Claim 8] The electrophotography photo conductor according to claim 7 characterized by all the material that constitutes the layer containing at least one or more sorts of compounds expressed with the aforementioned general formula (I) being the material which can form -O-Si-O-combination.

[Claim 9] An electrophotography photo conductor given in the claim 1 characterized by stiffening the compound expressed with the aforementioned general formula (I), or any 1 term of 8.

[Claim 10] The electrophotography photo conductor according to claim 9 characterized by using a curing catalyst as a means to stiffen the compound expressed with the aforementioned general formula (I).

[Claim 11] The electrophotography photo conductor according to claim 10 characterized by the aforementioned curing catalyst being an acid compound.

[Claim 12] An electrophotography photo conductor given in the claim 1 characterized by forming in the maximum front face the layer containing the compound expressed with the aforementioned general formula (I), or any 1 term of 11.

[Claim 13] An electrophotography photo conductor given in the claim 1 characterized by having further the layer which contains a gallium-halide phthalocyanine crystal, a halogenation tin phthalocyanine crystal, a hydroxy gallium phthalocyanine crystal, and at least one or more sorts of oxy-titanylphthalocyanine crystals as a charge generating material, or any 1 term of 12.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] this invention relates to the electrophotography photo conductor using the new compound.

[0002]

[Description of the Prior Art] As a material which forms the charge transporting bed of an electrophotography photo conductor, the charge transportability polymer which contains a charge transportation component in a principal chain, and the thing of the low-molecular dispersed system which distributed the low molecular weight compound of charge transportability, such as a triaryl amine, in binder polymer are well known like the polyvinyl carbazole (PVK). Among these, the thing of a low-molecular dispersed system has the versatility of material, and since a highly efficient thing is easy to be obtained, in the electrophotography photo conductor, it is in use.

[0003] Although this has come to be used also for a high-speed copying machine and a high-speed printer with highly-efficientizing of an organic photo conductor about an electrophotography photo conductor in recent years, when using an organic photo conductor for a high-speed copying machine and a high-speed printer, the present performance is not necessarily enough and it is anxious for especially the further reinforcement. One of the important factors which determines the life of this organic photo conductor is wear of a surface layer. In the present organic photo conductor, the so-called laminating type thing which carried out the laminating of the charge transporting bed has become in use on the charge generating layer, and a charge transporting bed turns into a surface layer in many cases. And although the thing of the performance it can fully be satisfied [ with the low-molecular dispersed-system charge transporting bed which is the present mainstream ] of a performance about an electric property was being obtained, since a low molecular weight compound was distributed in binder polymer, the mechanical performance of binder polymer original fell and there was essentially a fault of being weak, about wear.

[0004] In order to improve the above-mentioned fault, many methods are tried by present and research on polymerizing of charge transportation material is done prosperous as one of them. For example, U.S. \*\*\*\*\* The polycarbonate by the polymerization of a specific dihydroxy arylamine and screw chloro formate is indicated by the No. 4,806,443 specification, and it is the U.S. \*\*\*\*\*. The polycarbonate by the polymerization of a specific dihydroxy arylamine and a phosgene is indicated by the No. 4,806,444 specification. Moreover, a screw hydroxyalkyl arylamine, screw chloro formate, or the polycarbonate by the polymerization with a phosgene is indicated by the U.S. Pat. No. 4,801,517 specification. On a U.S. Pat. No. 4,937,165 specification and U.S. Pat. No. 4,959,288 specifications The polycarbonate by the polymerization of a specific dihydroxy arylamine or a screw hydroxyalkyl arylamine, and screw chloro formate, Or the polyester by the polymerization of a specific dihydroxy arylamine or a screw hydroxyalkyl arylamine, and screw acyl halide is indicated. Furthermore, the polycarbonate or polyester of the arylamine which has a specific fluorene skeleton on U.S. Pat. No. 5,034,296 specifications is indicated, and polyurethane is indicated by the U.S. Pat. No. 4,983,482 specification. The polyester which made the specific screw styryl screw arylamine the principal chain is indicated by JP,59-28903,B further again. Moreover, the electrophotography photo conductor using the polymer and it which used the hydrazone and the substituent of charge transportability, such as a triaryl amine, as the pendant is also proposed by JP,61-20953,A, JP,1-134456,A, JP,1-134457,A, JP,1-134462,A, JP,4-133065,A, and JP,4-133066,A. However, the above-mentioned macromolecule charge transportation material is not enough in respect of sensitivity, a rest potential, etc., and its endurance as an electrophotography photo conductor is not enough, either.

[0005] Moreover, the method of distributing low-molecular charge transportation material in binder polymer or a polymer precursor, and carrying out reaction hardening of binder polymer or the polymer precursor after that is proposed. For example, the example to which the example which uses acrylic polymer uses silicon system polymer or

a polymer precursor for JP,5-47104,B, JP,60-22347,B, and JP,7-120051,B is shown in JP,56-48637,A and JP,56-42863,B, respectively. However, since it is necessary to make high concentration of low-molecular charge transportation material with 30 - 50% in order to acquire sufficient property as an electrophotography photo conductor, the hardening reaction of a binder does not fully progress, and ejection and since it wears out, low-molecular charge transportation material has not resulted [ from between binder polymer ] in the solution in question.

[0006] In order to raise the lubricity of an electrophotography photo conductor front face, moreover, to JP,57-5050,A, JP,61-219049,A, and JP,62-205357,A The example which adds silicone content polymer JP,50-23231,A, To JP,61-116362,A, JP,61-204633,A, and JP,61-270768,A Although the example to which the example to which the example which adds fluorine content polymer adds a silicone polymer particle to JP,63-65449,A adds a fluorine polymer particle to JP,2-144550,A is proposed, respectively Compatibility with charge transportation material or binder polymer will be bad, and will cause layer separation in a photosensitive layer, and all will become an opaque film, and will worsen an electrical property.

[0007] Moreover, a method which adds the particle of a firm resin to a photosensitive layer is proposed. For example, although the example which adds a melamine resin particle is shown in JP,60-177349,A, compatibility with charge transportation material or binder polymer will be bad, and will cause layer separation in a photosensitive layer, and this method will also become an opaque film, and will worsen an electrical property.

[0008] In order to protect an electrophotography photo conductor front face, to JP,56-38055,A and JP,60-55355,A moreover, the polymer of imido \*\* To JP,59-185347,A and JP,61-217052,A, the polymer of a melamine system To JP,59-46652,A, the polymer of an acrylic and a melamine system "Proceedings of information separator&T's Eleventh International Congress on Advances in Non-Impact Printing To 57-59 pages and JP,8-15886,A of Technologies", the polymer of the siloxane system by the sol gel process further The method which used the minerals thin film by plasma CVD for the surface-protection layer is proposed by JP,7-333881,A. However, many of above-mentioned surface-protection layers have the fault of raising a rest potential. The method using the sol gel process of a 57-59-page publication of "Proceedings of information separator&T's Eleventh International Congress - Advances in Non-Impact Printing Technologies" is not shown at all about the concrete structure of the used compound, although the advantageous thing is shown by a rest potential, intensity, etc.

[0009] Furthermore, the method of giving charge transportation ability to one of the material of the above-mentioned sol gel process as a method using the same sol-gel method is proposed by JP,3-191358,A. Although surely the intensity as a charge transporting bed will increase if the compound currently indicated here uses this compound using a urethane bond In order [ which was coupled directly with the hetero atom which is easy to form hydrogen bond and is easy to adsorb the moisture in the atmosphere ] to \*\*\*\*\* It is difficult to acquire a stable picture over a long period of time that are easy to be influenced of an electric discharge product or moisture, and it is easy to cause a picture flow in many repeat use or the use under high-humidity/temperature. Moreover, although the method of making a firm film form by adding the charge transfer nature monomer which becomes recent years and has polymerization nature double combination of carbon-carbon in a triphenylamine frame to independence or a van DAPO reamer, and carrying out a polymerization with light or heat is proposed by JP,7-72640,A, since there is only one polymerization part, crosslinking density does not go up and sufficient endurance as an electrophotography photo conductor is not acquired.

[0010]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The purpose of this invention is to offer the electrophotography photo conductor which was made to form a firm film and improved and which was excellent in environmental stability with high sensitivity using the compound excellent in solubility, membrane formation nature, and compatibility.

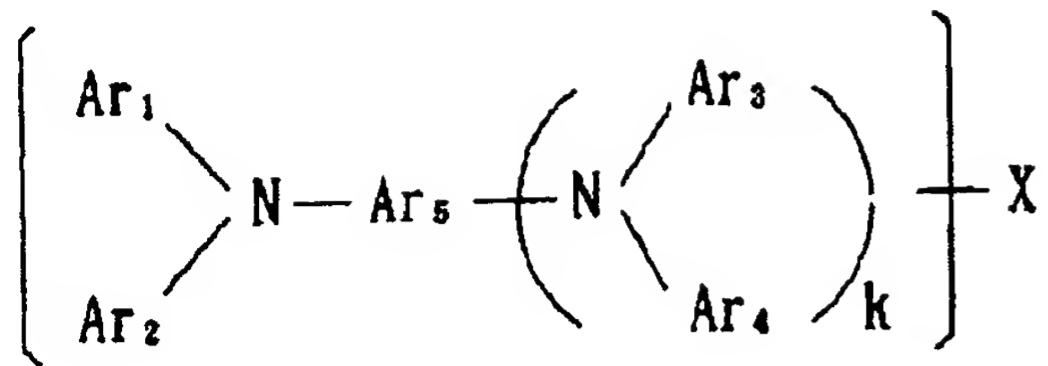
[0011]

[Means for Solving the Problem] In the electrophotography photo conductor formed in two or more layers as a result of this invention persons' inquiring wholeheartedly to the above-mentioned technical problem By containing the silane compound of specification [ at least one layer ] of two or more aforementioned layers Since it is hard to adsorb the moisture in the atmosphere when a silane compound without the hydrogen atom which found out that it was possible to offer the electrophotography photo conductor excellent in solubility and membrane formation nature, and coupled it directly especially with the hetero atom is used, It finds out that it is possible to offer the electrophotography photo conductor which was [ that it is hard to be influenced of an electric discharge product or humidity ] excellent in environmental stability, and came to complete this invention.

[0012] That is, this invention is characterized by containing at least one or more sorts of compounds by which at least one layer of two or more aforementioned layers is expressed with the following general formula (I) in the electrophotography photo conductor formed in two or more layers.

[0013]

[Formula 2]  
一般式(I)



[0014] The inside of a formula, and Ar1 -Ar4 The aryl group which is not replaced [ substitution or ] is shown independently, respectively, and it is Ar5. The aryl group or arylene machine which is not replaced [ substitution or ] is shown. X is -Y-SiR1(3-a) (OR2) a. The substituent shown is shown and it is R1. The aryl group which is not replaced [ hydrogen, an alkyl group, substitution, or ] is shown, and it is R2. Hydrogen, an alkyl group, and a trialkylsilyl group are shown, a shows the integer of 1-3, and Y shows a divalent basis. However, Y does not contain the divalent basis which has the hydrogen atom coupled directly with the hetero atom. k shows 0 or 1. X is Ar1, Ar2, and Ar5 here, when k is 0. When it combines with any 1-2 pieces and k is 1, it is Ar1 -Ar5. It combines with any 1-4 pieces.

[0015] Moreover, another mode of the electrophotography photo conductor of this invention is characterized by containing fluorine content compounds, such as a fluorine content silane coupling agent, further in the layer containing at least one or more sorts of compounds expressed with the aforementioned general formula (I).

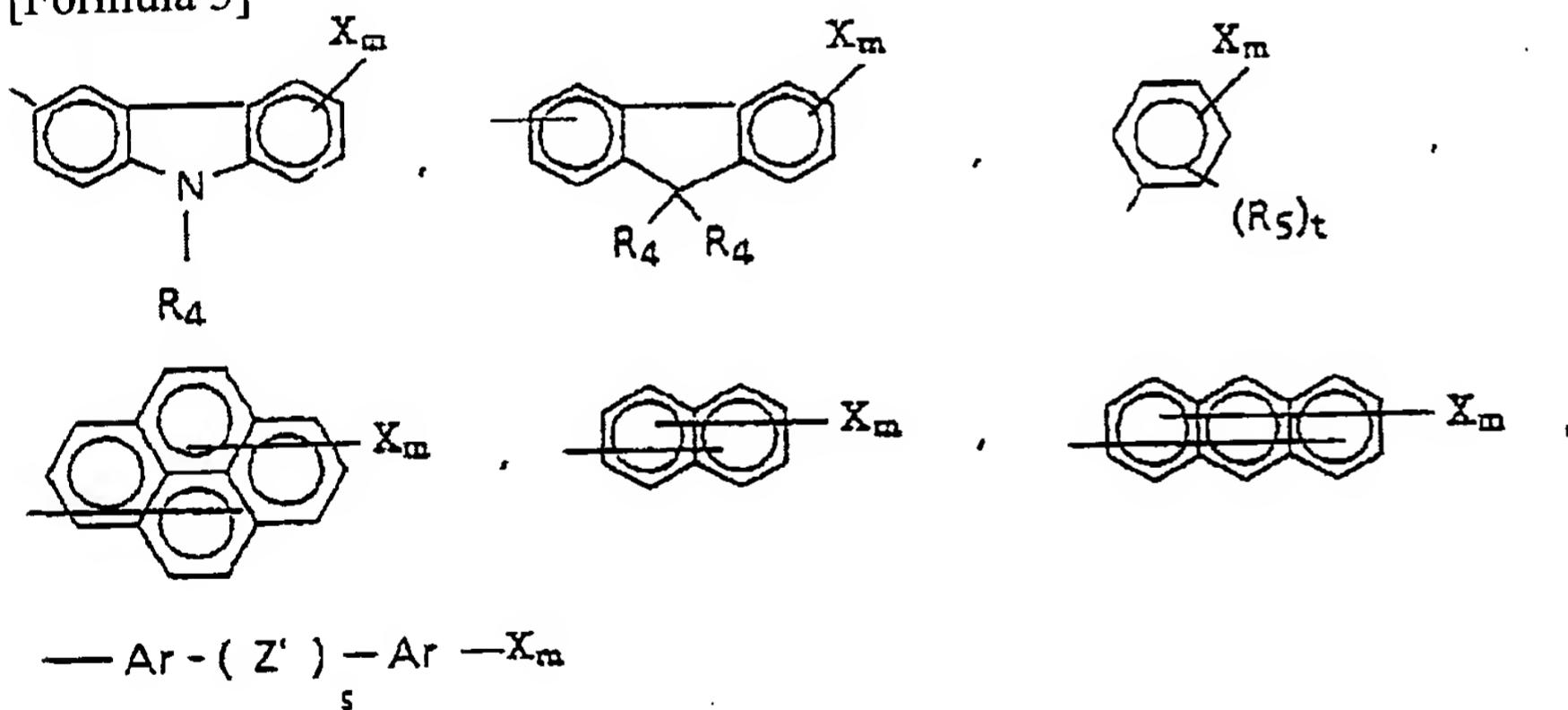
[0016]

[Embodiments of the Invention] Hereafter, this invention is explained in detail.

[0017] The silane compound of this invention is expressed with the aforementioned general formula (I). The inside of a formula, and Ar1 -Ar4 The aryl group which is not replaced [ substitution or ] is shown independently, respectively, and, specifically, the following are mentioned.

[0018]

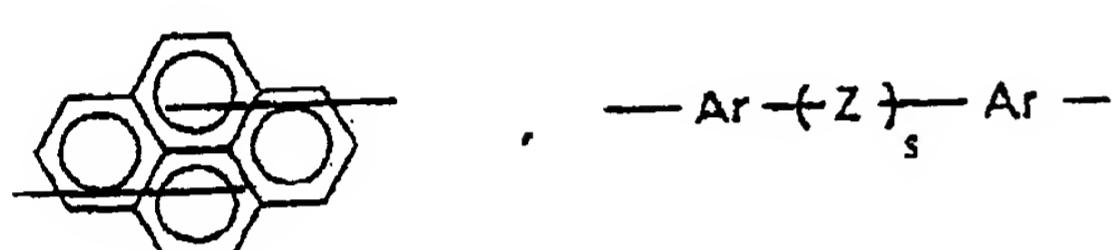
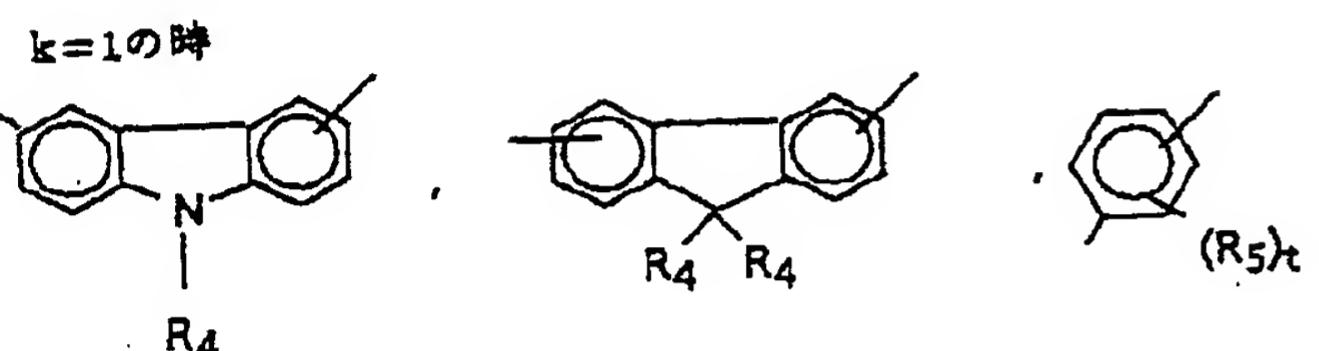
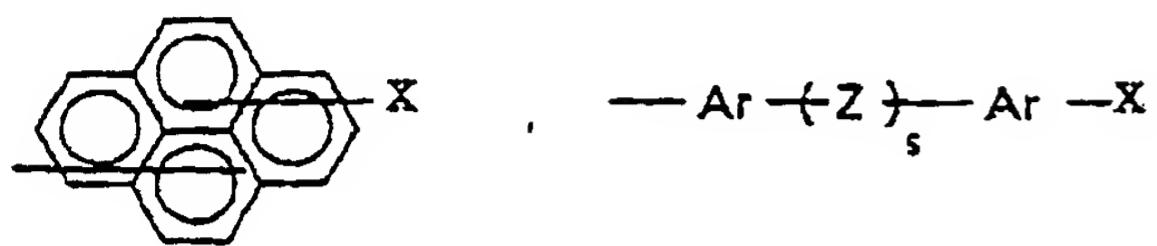
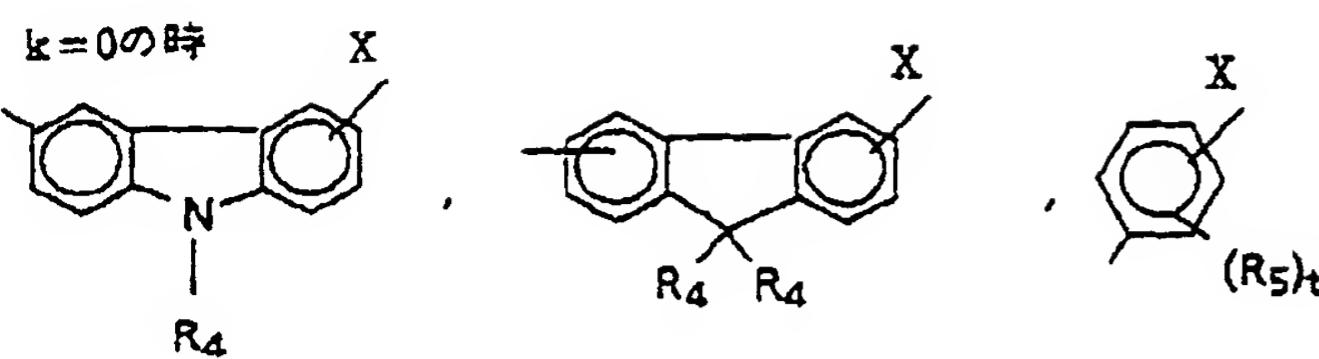
[Formula 3]



[0019] Moreover, the inside of a general formula (I) and k show 0 or 1, and are Ar5. The aryl group or arylene machine which is not replaced [ substitution or ] is shown, and, specifically, the following are mentioned.

[0020]

[Formula 4]

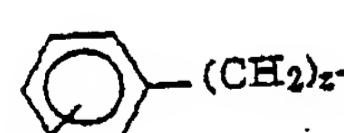
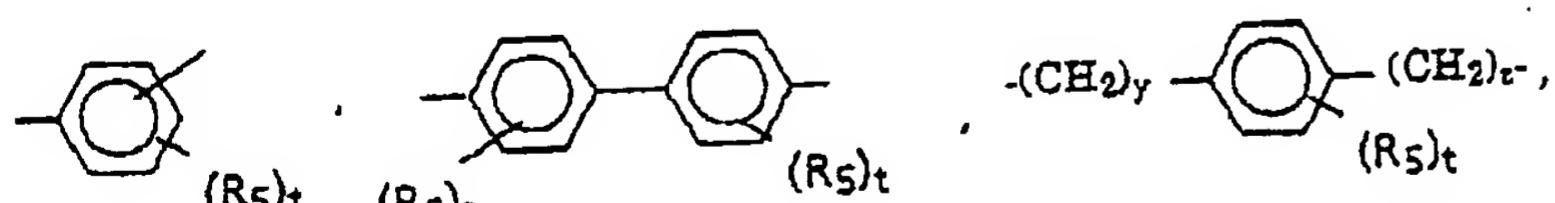


[0021] Here, X is  $-Y-SiR_1(3-a)$  (OR2) a. It is shown. R1 The aryl group which is not replaced [ the substitution replaced by hydrogen, the alkyl group of carbon numbers 1-10, the alkyl group of carbon numbers 1-4, or the alkoxy group of carbon numbers 1-4 or ] is shown, and it is R2. The trialkylsilyl group replaced by hydrogen, the alkyl group of carbon numbers 1-4, and the alkyl group of carbon numbers 1-4 is shown. Y shows a divalent basis. preferably - of carbon numbers 1-4, and the alkyl group of carbon numbers 1-4 is shown. - Thing Containing Arylene Machine Which is not Replaced [ -, Substitution, or ],  $-CH=N-$ ,  $-(CH_2)_x-$ ,  $-(Cx'H_2x'-2)-$ , - O-, and at Least One or More Sorts of  $-COO-$ ,  $(Cx''H_2x''-4)$  Or  $-CH=N-Y'$ ,  $-CH=CH-Y'$ ,  $-CH_2CH_2-Y'$ , It comes out, and it is expressed and Y' expresses the divalent basis containing the arylene machine which is not replaced [ - (CH2)x-, -(Cx'H2x'-2)-, -(Cx''H2x''-4)-, substitution, or ],  $-CH=N-$ ,  $-O-$ , and at least one or more sorts of  $-COO-$  here. However, Y does not contain the divalent basis which has the hydrogen atom coupled directly with the hetero atom, for example,  $-CONH-$ ,  $-NH-$ , etc. Moreover, integer,  $x'$ , and  $x''$  of x of 1-15 are the integer of 2 to 15, respectively.

[0022] Specifically, the following are mentioned as Y.

[0023]

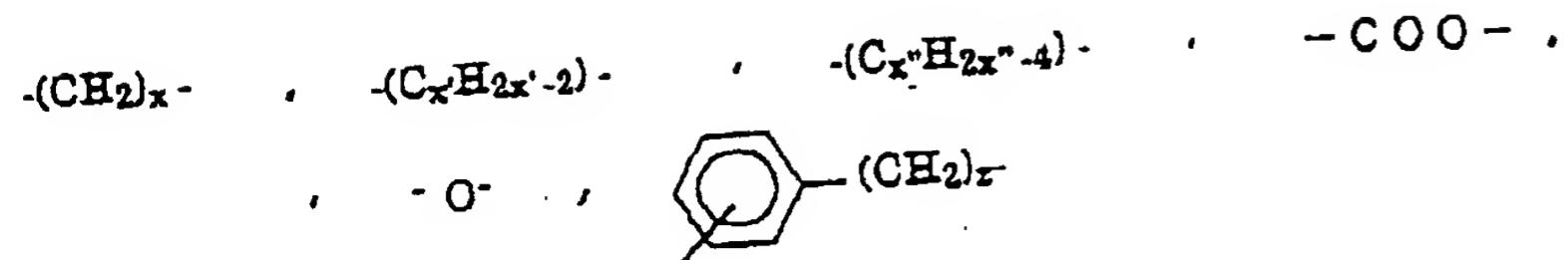
[Formula 5]



[0024] Especially in this, the following are desirable.

[0025]

[Formula 6]

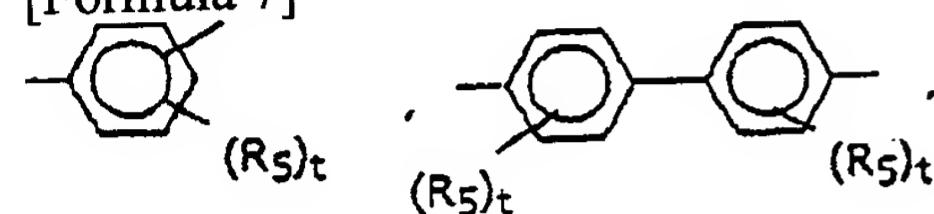


[0026] Above Ar1 -Ar5 Inside 1-4 pieces X, i.e., -Y-SiR1(3-a) (OR2) a, When it is required to have the substituent shown and k is 0 here, X is Ar1, Ar2, and Ar5. When it combines with any 1-3 pieces and k is 1, it is Ar1 -Ar5. It combines with any 1-4 pieces.

[0027] Moreover, Ar is chosen from the following bases.

[0027]  
[0028]

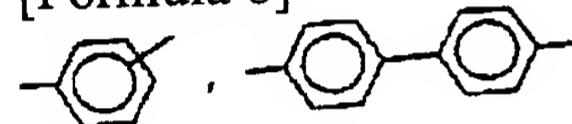
[0028]  
[Formula 7]



[0029] Furthermore, Z' is chosen from the following.

[0029]  
[0030]

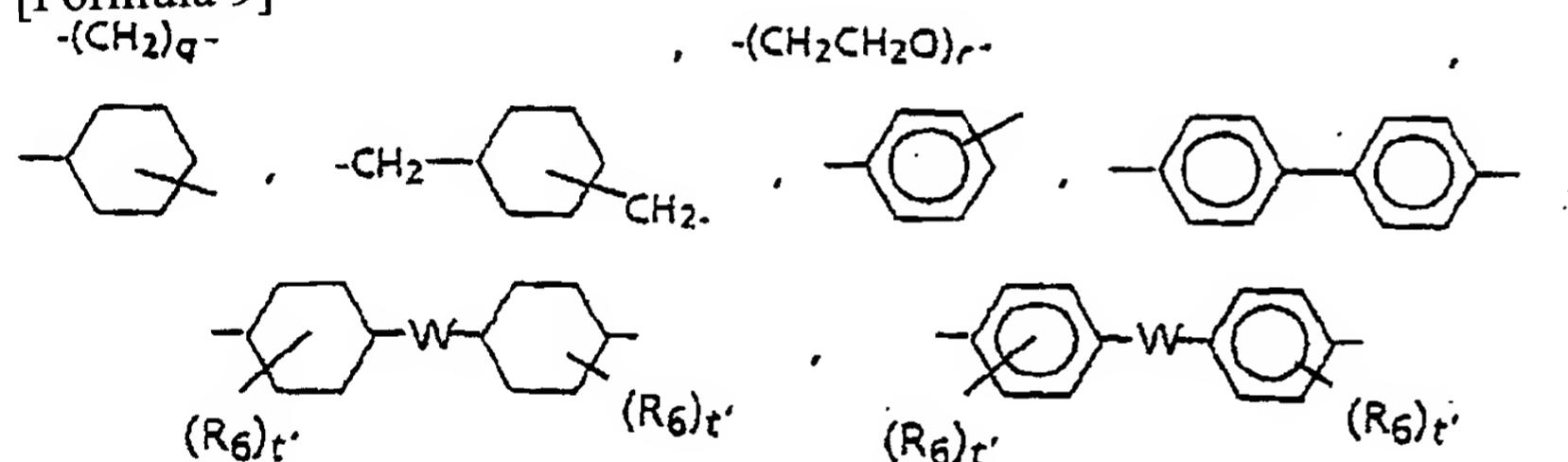
[0050]  
[Formula 8]



[0031] Moreover, Z is chosen from the following.

[0031]  
[0032]

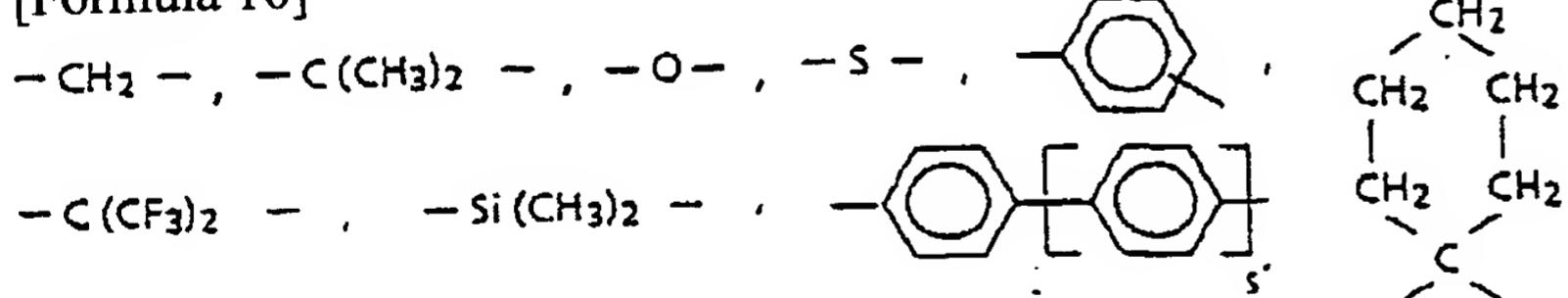
[652]  
[Formula 9]



[00331] Furthermore,  $W$  is chosen from the following bases.

[0035]  
[0034]

[0054]  
[Formula 10]



[0035] Moreover, R4 It is chosen from the phenyl group which is not replaced [ the substitution replaced by hydrogen, the alkyl group of carbon numbers 1-4, the alkyl group of carbon numbers 1-4, or the alkoxy group of carbon numbers 1-4 or ], and the aralkyl machine of carbon numbers 7-10. Furthermore, R5 It is chosen from hydrogen, the alkyl group of carbon numbers 1-4, the alkoxy group of carbon numbers 1-4, and a halogen atom. Moreover, R6 It is chosen from hydrogen and the alkyl group of carbon numbers 1-4. m and s show 0 or 1, respectively, t and a show the integer of 1-3, respectively, and y and z show the integer of 1-5, respectively. Moreover, x shows the integer of 1-15 and x' and x" show the integer of 0-3, t' shows the integer of 1 or 2, and q and r show the integer of 2-15, respectively. Furthermore, s' shows the integer of 0-3, t' shows the integer of 1 or 2, and q and r show the integer of 1-10, respectively.

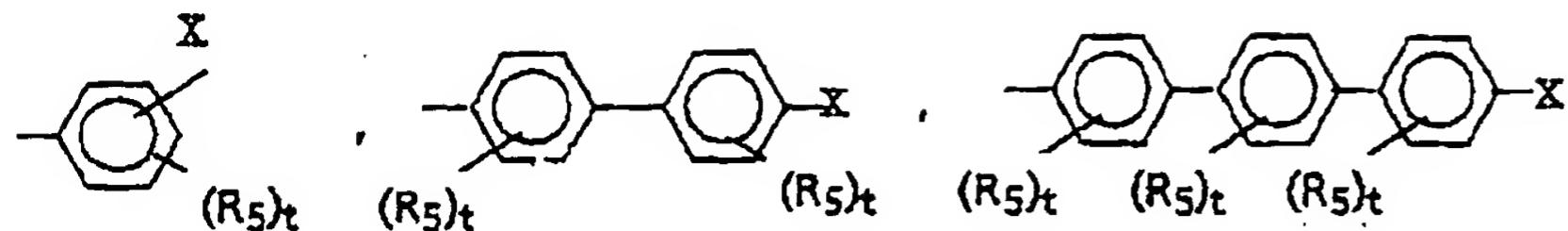
[0036] Moreover, Ar1 -Ar5 Inside, as for at least one, what has two or more conjugated aromatic series is stable to photooxidation and desirable.

[0037] In addition, Ar5 The following are more desirable.

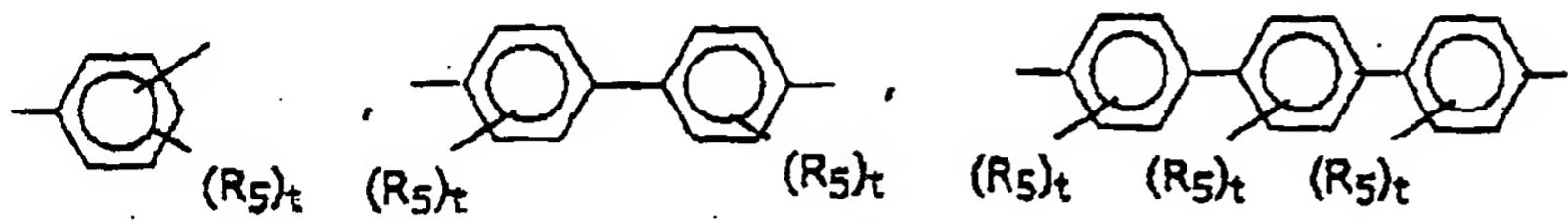
[0037]  
[0038]

[0058]  
[Formula 11]

k=0の時



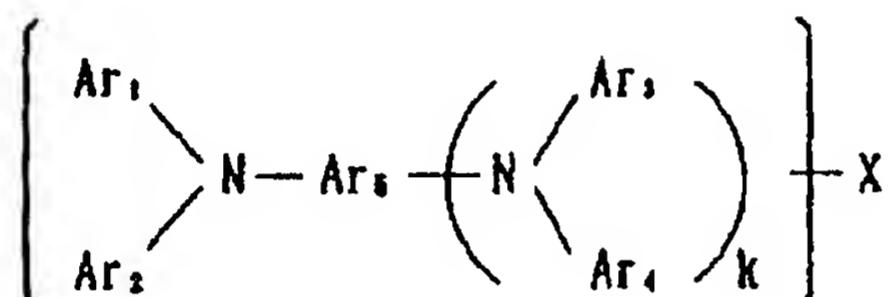
k=1の時



[0039] The example of the silane compound of a general formula (I) is shown in Tables 1-13. Setting to the following table, the addition position of X is each Ar<sub>1</sub> - Ar<sub>5</sub>. It is shown in a column and the example of X added there is shown in the column of X.

[0040]

[Table 1]



化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
1	0			—	—		$\cdot\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_2$ $\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
2	0			—	—		$\cdot\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_2$ $\cdot\text{Si}(\text{OBu})_3$
3	0			—	—		$\cdot\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_3$ $\cdot\text{Si}(\text{OMe})_2\text{Me}$
4	0			—	—		$\cdot\text{CH}=\text{N}(\text{CH}_2)_3$ $\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
5	0			—	—		$\cdot\text{CII}=\text{N}(\text{CH}_2)_3$ $\cdot\text{Si}(\text{OBu})_3$

[0041]

[Table 2]

化合物	<i>k</i>	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
6	0			—	—		$-(CH_3)_2-Si(OMe)_3$
7	0			—	—		$O-(CH_2)_3-Si(OEt)_3$
8	1			—	—		$CH=CH-(CH_2)_2-Si(OMe)_3$
9	1			—	—		$CH=N-(CH_2)_3-Si(OMe)_3$

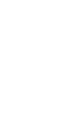
[0042]  
[Table 3]

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
1 0	0			—	—		$\cdot\text{CH}=\text{CH}\cdot(\text{CH}_2)_2\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
1 1	0			—	—		$\cdot\text{CH}=\text{N}\cdot(\text{CH}_2)_2\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
1 2	1				—		$\cdot\text{CH}=\text{CH}\cdot(\text{CH}_2)_2\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
1 3	1				—		$\cdot\text{CH}=\text{CH}\cdot(\text{CH}_2)_2\cdot\text{Si}(\text{OEt})_3$
1 4	1				—		$\cdot\text{CH}=\text{CH}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3\text{Me}$

[0043]  
[Table 4]

化合物	<i>k</i>	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
1 5	1						$\cdot\text{CH}=\text{N}(\text{CH}_2)_3$ $\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
1 6	1						$\cdot\text{CH}=\text{N}(\text{CH}_2)_3$ $\cdot\text{Si}(\text{OEt})_3$
1 7	1						$\cdot(\text{CH}_2)_3\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
1 8	1						$\cdot\text{O}(\text{CH}_2)_3$ $\cdot\text{Si}(\text{OEt})_3$

[0044]  
[Table 5]

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
19	0	- 	- 	-	-	-	-CH=CH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
20	0	- 	- 	-	-	-	-CH=N-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
21	0	- 	- 	-	-	-	-CH <sub>2</sub> -Si(OEt) <sub>3</sub>
22	0	- 	- 	-	-	-	-O(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>2</sub> Me

[0045]  
[Table 6]

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
2 3	1	-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -X	-CH=CH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>				
2 4	1	-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -X	-CH=N-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>				
2 5	1	-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -X	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OEt) <sub>3</sub>				
2 6	1	-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -X	-O-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>2</sub> Me				

[0046]  
[Table 7]

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
27	0			—	—		-CH=CH-Si(OEt) <sub>3</sub>
28	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OEt) <sub>3</sub>
29	0			—	—		-CH=CH-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
30	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
31	0			—	—		-CH=CH-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
32	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>

[0047]

[Table 8]

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
33	1						-CH=CH-Si(OEt) <sub>3</sub>
34	1						-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OEt) <sub>3</sub>
35	1						-CH=CH-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
36	1						-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
37	1						-CH=CH-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
38	1						-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>

[0048]

[Table 9]

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
101	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
102	0			—	—		-COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
103	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
104	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
105	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
106	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
107	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
108	0			—	—		-COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
109	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
110	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
111	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
112	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
113	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>

[0049]  
[Table 10]

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
114	0			—	—		-COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> - (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>
115	0			—	—		- (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> COO- (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>
116	0			—	—		- (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> COO- CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
117	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
118	0			—	—		-COO-CH <sub>2</sub> - C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>
119	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
120	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
121	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
122	0			—	—		- (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> COO- (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>
123	0			—	—		- (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> COO- CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
124	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO- CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
125	0			—	—		- (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> COO- (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>
126	0			—	—		- (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> COO- CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> - SiOMe <sub>3</sub>

[0050]  
[Table 11]

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
127	0			—	—		<chem>-CH2-COO-CH2C6H4-(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
128	0			—	—		<chem>-(CH2)2-COO-(CH2)3-Si(OMe)3</chem>
129	0			—	—		<chem>-(CH2)2-COO-CH2C6H4-(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
130	0			—	—		<chem>-(CH2)2-COO-CH2C6H4-(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
131	0			—	—		<chem>-CH2-COO-(CH2)3-Si(OMe)3</chem>
132	0			—	—		<chem>-(CH2)2-COO-(CH2)3-Si(OMe)3</chem>
133	0			—	—		<chem>-(CH2)2-COO-CH2C6H4-(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
134	0			—	—		<chem>-COO-(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
135	0			—	—		<chem>-COO-CH2C6H4-(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
136	0			—	—		<chem>-CH2-COO-CH2C6H4-(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
137	0			—	—		<chem>-(CH2)2-COO-(CH2)3-Si(OMe)3</chem>
138	0			—	—		<chem>-(CH2)2-COO-CH2C6H4-(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
139	0			—	—		<chem>-(CH2)2-COO-(CH2)3-Si(OMe)3</chem>

[0051]  
[Table 12]

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
140	0			—	—		$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COO}-$ $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{Si}(\text{OMe})_3$
141	0			—	—		$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COO}-$ $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$
142	0			—	—		$-\text{CH}_2\text{COO}(\text{CH}_2)_2-$ $\text{Si}(\text{OMe})_3$
143	0			—	—		$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COO}-$ $(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OMe})_3$
144	0			—	—		$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COO}-$ $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$
145	1						$-\text{COO}(\text{CH}_2)_2-$ $\text{Si}(\text{OMe})_3$
146	1						$-\text{COOCH}_2\text{C}_6\text{H}_4-$ $(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OMe})_3$
147	1						$-\text{CH}_2\text{COO}(\text{CH}_2)_2-$ $\text{Si}(\text{OMe})_3$
148	1						$-\text{CH}_2\text{COO}-$ $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$
149	1						$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COO}-$ $(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OMe})_3$
150	1						$-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COO}-$ $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$
151	1						$-\text{COOCH}_2\text{C}_6\text{H}_4-$ $(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OMe})_3$
152	1						$-\text{CH}_2\text{COO}(\text{CH}_2)_2-$ $\text{Si}(\text{OMe})_3$

[0052]  
[Table 13]

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
153	1						<chem>-CH2-COO-CH2-</chem> <chem>C6H5-Si(OMe)3</chem>
154	1						<chem>-CH2-COO-</chem> <chem>CH2C6H4-(CH2)2-</chem> <chem>Si(OMe)3</chem>
155	1						<chem>-(CH2)2-COO-</chem> <chem>(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
156	1						<chem>-(CH2)2-COO-</chem> <chem>CH2C6H4-(CH2)2-</chem> <chem>Si(OMe)3</chem>
157	1						<chem>-COO-(CH2)2-</chem> <chem>Si(OMe)3</chem>
158	1						<chem>-COO-CH2C6H4-</chem> <chem>Si(OMe)3</chem>
159	1						<chem>-COO-CH2C6H4-</chem> <chem>(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
160	1						<chem>-COO-(CH2)2-</chem> <chem>Si(OMe)3</chem>
161	1						<chem>-COO-CH2C6H4-</chem> <chem>Si(OMe)3</chem>
162	1						<chem>-COO-CH2C6H4-</chem> <chem>(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
163	1						<chem>-CH2-COO-(CH2)2-</chem> <chem>Si(OMe)3</chem>
164	1						<chem>-(CH2)2-COO-</chem> <chem>(CH2)2-Si(OMe)3</chem>
165	1						<chem>-(CH2)2-COO-</chem> <chem>CH2C6H4-(CH2)2-</chem> <chem>Si(OMe)3</chem>

[0053] The application to the electrophotography photo conductor with which the charge generating layer and the charge transporting bed were formed on the conductive substrate, and the electrophotography photo conductor with which the charge generating layer and the charge transporting bed were formed on the conductive substrate, and the surface-protection layer was further formed in the maximum front face is possible for the above-mentioned silane compound. For example, the electrophotography photo conductor contained in a surface-protection layer by making into charge transportation material the silane compound shown by the above-mentioned general formula (I) can be mentioned. Moreover, the electrophotography photo conductor which includes a phthalocyanine compound crystal as a charge generating material in a charge generating layer can be raised as a desirable thing, including the silane compound shown by the above-mentioned general formula (I) as a charge transportation material in at least one layer of a charge transporting bed and a surface-protection layer. The electrophotography photo conductor which contains the silane compound of the above-mentioned general formula (I) as a charge generating material in a charge generating layer as a still more desirable thing at a surface-protection layer including well-known charge transportation material, such as a hydrazone system compound and a stilbene system compound, as a charge transportation material in a charge transporting bed, including a phthalocyanine compound crystal can be mentioned.

[0054] Moreover, various matter like fluorine content polymer, a fluorine content silane compound, and the fluorine content ether as a fluorine content compound used for this invention can be used. Especially, fluorine content ester is desirable in order to also raise the storage stability of application liquid while it raises surface lubricity. Moreover,

since a fluorine content amine, a fluorine content carboxylic acid, etc. serve as a catalyst at the time of making the compounds expressed with a general formula (I), or other silane compounds and chemical bonds form, they are desirable. Moreover, since fluorine content alcohol, a fluorine content olefin, etc. can form the compound and chemical bond which are expressed with a general formula (I), they are still more desirable. Moreover, especially since a fluorine content silane coupling agent can form the compound expressed with a general formula (I), and a firmer chemical bond, it is desirable.

[0055] The example of those fluorine content compounds is given to below. As fluorine content polymer, PTFE (polytetrafluoroethylene resin), FEP (ethylene tetrafluoride-6 fluoride [ ethylene ] copolymerization resin), PCTFE (polychlorotrifluoroethylene), PVF (polyvinyl fluoride) and PFA (ethylene tetrafluoride-perfluoroalkyl vinyl ether copolymerization resin), PVdF (polyvinylidene fluoride resin), ETFE (ethylene tetrafluoride-ethylene copolymerization resin), ECTFE (ethylene-3 fluoride-salt-ized ethylene copolymerization resin), etc. can be mentioned.

[0056] As a fluorine content silane compound, screw (pentafluorophenyl) dimethylsilane, screw (trideca fluoro -1, 1, 2 and 2, - tetrahydro octyl) tetramethyl disiloxane, 1, 3-screw (3, 3, and 3-truffe RUORO pro pilus) tetramethyl disilazane, a dimethyl difluoro silane, a diphenyl difluoro silane, a methyl truffe RUORO silane, N-methyl-N-trimethylsilyl trifluoroacetamide, etc. are mentioned.

[0057] As the fluorine content ether, 2, 2, and 2-truffe RUORO ethyl methyl ether, 2, 2, and 2-TORIFURUORO ethyl difluoromethyl ether, 1, 1 and 2, 2-tetrafluoro ethyl methyl ether, The 2, 2, 3, 3, and 3-pentafluoro propylmethyl ether, 2, 2, 3 and 3, and 3-pentafluoro propyl difluoromethyl ether, 1, 1, 2, and 2-tetrafluoro ethyl ether, 1, 1 and 2, 2-tetrafluoro ethyl 2 and 2, 2-truffe RUORO ethyl ether, 2,2,3,3-tetrafluoropropyldifluoromethylether, A hexafluoro isopropyl methyl ether, a hexafluoro isopropyl difluoro methyl ether, The 1, 1, 2, 3, 3, and 3-hexafluoro propylmethyl ether, The 2, 2, 3, 3, and 3-pentafluoro propyls 1, 1, and 2, 2-tetrafluoro ethyl ether, The 1, 1, 3, 3, and 3-pentafluoro-2-trifluoromethyl propylmethyl ether, 1, 1, 2, 3 and 3, 3-hexafluoro propylethyl ether, 2, 2, 3, 4 and 4, and 4-hexafluoro butyl difluoromethyl ether etc. can be mentioned.

[0058] As fluorine content ester, methyl perfluoro propionate, ethyl perfluoro propionate, methyl perfluoro butyrate, an ethyl-5-hydroxy OKUTA fluoro oenanthic acid, an ethyl perfluoro octanoic acid, methyl perfluoro octanoate, ethyl perfluoro octanoate, etc. can be mentioned.

[0059] As a fluorine content amine, a 1 and 1-dihydro-heptafluoro butylamine, 1, and 1-dihydro-PENTA deca fluoro butylamine etc. can be mentioned.

[0060] As a fluorine content carboxylic acid, a trifluoroacetic acid, perfluoro propanoic acid, a perfluoro butanoic acid, a perfluoro pentanoic acid, a perfluoro hexanoic acid, a perfluoro oenanthic acid, a perfluoro octanoic acid, a perfluoro nonoic acid, a perfluoro decanoic acid, a perfluoro undecanoic acid, a perfluoro undecanoic acid, etc. can be mentioned.

[0061] As fluorine content alcohol, 2, 2, and 2-truffe RUORO ethanol, 2-fluoro ethanol, 2, 2, 3 and 3, 3-pentafluoro propanol, 1, 1, 3-TORIHIDORO tetrafluoro pentanol, 2-hydronium-hexafluoro-2-propanol, 1, 1, 3-TORIHIDORO hexafluoro butanol, 1 and 1, 5-TORIHIDORO tetrafluoro pentanol, 2 and 2-screw (trifluoromethyl) propanol, 2-(perfluoro butyl) ethanol, 2-perfluoro propoxy - 2, 3, 3, and 3-tetrafluoro propanol, 3-perfluoro butyl-2-iodine propanol, 2-(perfluoro-3-methyl butyl) ethanol, 1, 1, 7-TORIHIDORO dodeca fluoro heptanol, 6-(perfluoro ethyl) hexanol, A 1 and 1-dihydroheptafluoro butanol, 2-(perfluoro hexyl) ethanol, 3-(perfluoro hexyl) propanol, 3-perfluoro hexyl-2-iodine propanol, 6-(perfluoro-1-methylethyl) hexanol, 2-(perfluoro-5-methyl hexyl) ethanol, 1, 1, 9-TORIHIDOROHEKISA deca fluoro nonanol, 6-(perfluoro butyl) hexanol, 2-(perfluoro octyl) ethanol, 3-(perfluoro-5-methyl hexyl)-2-iodine propanol, 3-(perfluoro octyl) propanol, 3-perfluoro octyl-2-iodine propanol, 6-(perfluoro-3-methyl butyl) hexanol, 2-(perfluoro-7-methyl octyl) ethanol, 6-(perfluoro hexyl) hexanol, 2-(perfluoro desyl) ethanol, 3-(perfluoro-7-methyl octyl)-2-iodine propanol, 6-(perfluoro-5-methyl hexyl) hexanol, 2-(perfluoro-9-methyl desyl) ethanol, 6-(perfluoro octyl) hexanol, 6-(perfluoro-7-methyl desyl) ethanol, etc. can be mentioned.

[0062] As a fluorine content olefin, 1-methoxy - (perfluoro-2-methyl-1-propene), perfluoro butyl ethylene, perfluoro hexyl ethylene, 1, 4-divinyl OKUTA fluoro butane, perfluoro octyl ethylene, 1, 6-divinyl DODEKAE fluoro hexane, a perfluoro decylethylene, 1, 8-divinyl HEKISADEKAE fluoro octane, a perfluoro decylethylene, etc. can be mentioned.

[0063] As fluorine content silane coupling material, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, and 6-NONAFURUORO hexyl methyl dichlorosilane, A 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, and 6-nona fluoro hexyl trichlorosilane, A pentafluoro propyl trichlorosilane, pentafluoro propyltrimethoxysilane, A dimethyl chlorosilicane, (The trideca fluoro -1, 1 and 2, 2-tetrahydro octyl) Methyl dichlorosilane, (The trideca fluoro -1, 1 and 2, 2-tetrahydro octyl) A trichlorosilane, (The trideca fluoro -1, 1 and 2, 2-tetrahydro octyl) Trimethoxysilane, (The trideca fluoro -1, 1 and 2, 2-tetrahydro octyl) Triethoxysilane, (The trideca fluoro -1, 1 and 2, 2-tetrahydro octyl) A dimethyl chlorosilicane, methyl (3, 3, and 3-truffe RUORO propyl)

dichlorosilane, (3, 3, and 3-trifluoro propyl) A trichlorosilane, trimethoxysilane (3, 3, and 3-trifluoro propyl), (3, 3, and 3-trifluoro propyl) A dimethyl chlorosilicane, (The heptadeca fluoro -1, 1, 2 and 2, - tetrahydro desyl) A trichlorosilane, (The heptadeca fluoro -1, 1, 2 and 2, - tetrahydro desyl) Triethoxysilane, (The heptadeca fluoro -1, 1, 2 and 2, - tetrahydro desyl) (3-heptafluoro isopropoxy) A propyl trichlorosilane, propyl (3-heptafluoro isopropoxy) triethoxysilane, triethoxy fluorosilane, 3-trifluoro propyltrimethoxysilane, etc. are mentioned.

[0064] It is still more possible to create the electrophotography photo conductor which was excellent in endurance with the surface layer of firm and low surface energy the compound shown by the above-mentioned general formula (I) of this invention in an electrophotography photo conductor, and by using a fluorine content compound. Any material well-known as charge generating material or a charge transportation material can be used. The electrophotography photo conductor containing what mixed the compound expressed with a general formula (I) in a photosensitive layer including a phthalocyanine compound crystal as a charge generating material especially with independent or well-known charge transportation material, such as a hydrazone system compound and a stilbene system compound, and a fluorine content compound is desirable from the point of sensitivity and stability. Furthermore, the electrophotography photo conductor which used well-known charge transportation material, such as a hydrazone system compound and a stilbene system compound, as a charge transportation material, formed the charge transporting bed with well-known binders, such as a polycarbonate and polyester, into the photosensitive layer as a charge generating material including the phthalocyanine compound crystal, and formed the protective layer containing the compound further expressed with a general formula (I) on this charge transporting bed and a fluorine content compound can be mentioned.

[0065] As a phthalocyanine crystal used in the above-mentioned electrophotography photo conductor in this invention combining the compound and fluorine content compound which are shown by the general formula (I) The gallium-halide phthalocyanine crystal currently indicated by JP,5-98181,A, The halogenation tin phthalocyanine crystal currently indicated by JP,5-140472,A and JP,5-140473,A, The hydroxy gallium phthalocyanine crystal currently indicated by JP,5-263007,A and JP,5-279591,A, The oxy-titanium phthalocyanine hydrate crystal currently indicated by JP,4-189873,A and JP,5-43813,A can be used, and, thereby, the electrophotography photo conductor which excelled [ high sensitivity / especially ] in repeat stability can be obtained.

[0066] Next, an electrophotography photo conductor is explained. What composition, such as monolayer composition, laminating composition which consists of a charge generating layer and a charge transporting bed, and composition which prepared the surface-protection layer on these further, is sufficient as an electrophotography photo conductor. Although the compound and fluorine content compound which are shown by the general formula (I) may be contained in what these layers, the case where it is contained in the maximum surface layer is the most effective.

[0067] As a conductive base material used as the base material in which these charge generating layers, charge transporting beds, etc. are formed, an application or the infiltrated paper, plastic film, etc. are raised in conductivity grant agents, such as plastic film which prepared thin films, such as metals, such as aluminum, nickel, chromium, and stainless steel, and aluminum, titanium, nickel, chromium, stainless steel, gold, vanadium, a tin oxide, indium oxide, and ITO. Although these conductive base materials are used as a thing of proper configurations, such as the shape of the shape of the shape of a drum, and a sheet, and a plate, they are not limited to these. Furthermore, the front face of a conductive base material can perform various kinds of processings in the range which does not have influence in quality of image if needed. For example, irregular reflection processings of graining etc., such as surface oxidation treatment, and a chemical treatment, coloring processing, etc. can be performed. Moreover, you may prepare an undercoating layer further between a conductive base material and a charge generating layer. This undercoating layer shows an acid-resisting operation of the light of a conductive base material etc. depending on the operation as a glue line which carries out adhesion maintenance of the photosensitive layer in one to a conductive base material, or the case while preventing pouring of the charge to a photosensitive layer from a conductive base material at the time of electrification of a photosensitive layer which consists of a laminated structure.

[0068] The binder polymer used for this undercoating layer A polyethylene resin, polypropylene resin, Acrylic resin, methacrylic resin, polyamide resin, vinyl chloride resin, A vinyl acetate resin, phenol resin, polycarbonate resin, a polyurethane resin, Polyimide resin, a vinylidene chloride resin, a polyvinyl-acetal resin, A vinyl chloride vinyl acetate copolymer, a polyvinyl alcohol resin, water-soluble polyester resin, A nitrocellulose, casein, gelatin, the poly glutamic acid, starch, Well-known material, such as starch acetate, amino starch, a polyacrylic acid, a polyacrylamide, a zirconium chelate compound, a titanium chelate compound, a titanium alkoxide compound, an organic titanium compound, and a silane coupling agent, can be used. Moreover, 0.01-10-micrometer 0.05-2 micrometers are preferably suitable for the thickness of an undercoating layer. As the method of application at the time of furthermore preparing an undercoating layer, the usual methods, such as the blade coating method, the wire bar coating method, the spray coating method, a dip coating method, the bead coating method, the air-knife-coating method, and the curtain coating

method, can be used.

[0069] In laminating composition, a charge generating layer and a charge transporting bed are formed in on this under-coating layer.

[0070] First, a charge generating layer is explained. Although a charge generating layer is distributed and formed in binder polymer (binding resin) with a suitable charge generating material, as a charge generating material contained in a charge generating layer, any well-known charge generating material, such as the following phthalocyanine crystal, a screw azo pigment, a phthalocyanine pigment, a squarylium pigment, a perylene pigment, and dibromo anthanthrone, can be used. In this, a phthalocyanine crystal is used preferably.

[0071] Into the phthalocyanine crystal suitably used as a charge generating material The gallium-halide phthalocyanine crystal currently indicated by JP,5-98181,A, The halogenation tin phthalocyanine crystal currently indicated by JP,5-140472,A and JP,5-140473,A, The hydroxy gallium phthalocyanine crystal currently indicated by JP,5-263007,A and JP,5-279591,A, There is an oxy-titanium phthalocyanine hydrate crystal currently indicated by JP,4-189873,A and JP,5-43813,A, and, thereby, the electrophotography photo conductor which was excellent in repeat stability with especially high sensitivity can be obtained.

[0072] As an usable gallium-halide phthalocyanine crystal, a chloro gallium phthalocyanine crystal can be mentioned to this invention. a chloro gallium phthalocyanine crystal The chloro gallium phthalocyanine crystal manufactured by the well-known method as indicated by JP,5-98181,A It can manufacture by carrying out dry grinding mechanically by an automatic mortar, a planetary mill, a vibration mill, CF mill, the roller mill, the sand mill, the kneader, etc., or performing wet-grinding processing after dry grinding using a ball mill, a mortar, a sand mill, a kneader, etc. with a solvent. Set to the above-mentioned processing and aromatic [, such as toluene and a chlorobenzene, ] to an usable solvent; Amides; methanols, such as a dimethylformamide and N-methyl pyrrolidone, Fatty alcohol, such as ethanol and a butanol; Ethylene glycol, A glycerol And aliphatic polyhydric-alcohol [, such as a polyethylene glycol, ]; Benzyl alcohol And aromatic-alcohols [, such as phenethyl alcohol, ]; ester [, such as acetic ester and butyl acetate, ]; -- ketones [, such as an acetone and a methyl ethyl ketone, ]; -- dimethyl sulfoxide; -- ether [, such as diethylether and a tetrahydrofuran, ]; -- such mixture; -- the mixture of water and these organic solvents is mentioned a solvent -- the chloro gallium phthalocyanine crystal 1 weight section -- receiving -- the 1 - 200 weight section -- it uses in the range of the 10 - 100 weight section preferably Moreover, processing temperature is 10-60degreeC preferably below the boiling point of 0degreeC - a solvent. Furthermore, grinding assistants, such as salt and sodium sulfate, can also be used in the case of trituration. a grinding assistant -- the weight of a chloro gallium phthalocyanine crystal -- it can use by one to 10 times preferably 0.5 to 20 times

[0073] As an usable halogenation tin phthalocyanine crystal, a dichlorotin phthalocyanine crystal can be mentioned to this invention, and a dichlorotin phthalocyanine crystal can grind the dichlorotin phthalocyanine crystal manufactured by the well-known method like the aforementioned chloro gallium phthalocyanine, and can obtain it by carrying out solvent processing as indicated by JP,5-140472,A and JP,5-140473,A.

[0074] A hydroxy gallium phthalocyanine crystal usable to this invention As indicated by JP,5-263007,A and JP,5-279591,A Hydrolysis in an acid or an alkaline solution or an acid pay sting is performed into the chloro gallium phthalocyanine crystal manufactured by the well-known method. [ whether subsequently direct solvent processing is performed by compounding a hydroxy gallium phthalocyanine crystal, and ] Or after performing dry grinding processing, without performing wet-grinding processing for the hydroxy gallium phthalocyanine crystal obtained by composition using a ball mill, a mortar, a sand mill, a kneader, etc. with a solvent, or using a solvent, it can manufacture by carrying out solvent processing. In the above-mentioned processing, an usable solvent can be used as an usable solvent by the wet-grinding processing in manufacture of the aforementioned chloro gallium phthalocyanine crystal. a solvent -- the hydroxy gallium phthalocyanine crystal 1 weight section -- receiving -- the 1 - 200 weight section -- it uses in the range of the 10 - 100 weight section preferably moreover, processing temperature -- 0-150degreeC -- it is room temperature -100degreeC preferably Furthermore, grinding assistants, such as salt and sodium sulfate, can also be used in the case of pulverization. a grinding assistant -- the weight of a hydroxy gallium phthalocyanine crystal -- it can use by one to 10 times preferably 0.5 to 20 times

[0075] An oxy-titanium phthalocyanine crystal usable to this invention As indicated by JP,4-189873,A and JP,5-43813,A [ whether the acid pay sting of the oxy-titanium phthalocyanine crystal manufactured by the well-known method is carried out, and ] Or salt milling is performed with mineral salt using a ball mill, a mortar, a sand mill, a kneader, etc. After considering as the crystalline low oxy-titanium phthalocyanine crystal to which it has a peak in 27.2 degrees in an X diffraction spectrum comparatively, [ whether direct solvent processing is performed and ] Or it can manufacture by performing wet-grinding processing with a solvent using a ball mill, a mortar, a sand mill, a kneader, etc. as an usable acid, a sulfuric acid is desirable to an acid pay sting, and 95 - 100% of thing uses it for it preferably 70 - 100% of concentration -- having -- a melting temperature -20-100 degreeC -- it is 0-60degreeC preferably the amount

of the concentrated sulfuric acid used -- 1- of the weight of an oxy-titanium phthalocyanine crystal -- they are three to 50 times preferably 100 times As a solvent usable at acid pay TINGU, the partially aromatic solvent of water or water, and the organic solvent is used in an arbitrary amount, and especially the partially aromatic solvent of water, mixture with alcohols solvents, such as a methanol and ethanol, or water, and aromatic system solvents, such as benzene and toluene, is desirable. Although there is especially no limit about the temperature to deposit, in order to prevent generation of heat, cooling on ice etc. is desirable. moreover, the mixing ratio (weight ratio) of an oxy-titanium phthalocyanine crystal and mineral salt -- 1 / 0.1 - 1/20 -- it is 1 / 0.5 - 1/5 preferably toluene, a chlorobenzene, etc. are needed as a solvent used in the above-mentioned solvent processing -- aromatic -- halogen system hydrocarbons [, such as fatty alcohol; dichloromethanes such as a kind; methanol, ethanol, and a butanol, chloroform, and trichloroethane, ]; -- the mixture of these mixture; water and these organic solvents etc. is mentioned the solvent in solvent processing -- the weight of an oxy-titanium phthalocyanine crystal -- it uses in the 5 to 50 times as many range as this preferably one to 100 times moreover, processing temperature -- room temperature -100degreeC -- it is 50-100degreeC preferably Furthermore, grinding assistants, such as salt and sodium sulfate, can also be used in the case of pulverization. a grinding assistant -- the weight of an oxy-titanium phthalocyanine crystal -- it can use by one to 10 times preferably 0.5 to 20 times

[0076] It can choose from an extensive insulating resin as binder polymer used for a charge generating layer. Moreover, it can also choose from organic photoconductivity polymer, such as Polly N-vinylcarbazole, a polyvinyl anthracene, a polyvinyl pyrene, and polysilane. As desirable binder polymer, although insulating resins, such as polyvinyl butyral resin, polyarylate resins (polycondensation object of bisphenol A and a phthalic acid etc.), polycarbonate resin, polyester resin, a phenoxy resin, a vinyl chloride vinyl acetate copolymer, polyamide resin, acrylic resin, a polyacrylamide resin, a polyvinyl-pyridine resin, a cellulosic resin, a urethane resin, an epoxy resin, casein, a polyvinyl alcohol resin, and a polyvinyl-pyrrolidone resin, can be mentioned, it is not limited to these. Two or more sorts may be mixed and these binder polymer may be used, even if it uses independently.

[0077] Moreover, the compounding ratio (weight ratio) of charge generating material and binder polymer has the desirable range of 10:1-1:10. Moreover, as a method of distributing charge generating material, the usual methods, such as a ball mill variational method, an attritor variational method, and a sand-mill variational method, can be used into binder polymer.

[0078] Furthermore, it is effective in the case of this distribution to set preferably 0.5 micrometers or less of 0.3 micrometers or less of grain size to 0.15 micrometers or less still more preferably. moreover, independent [ in the usual organic solvents, such as a methanol, ethanol, n-propanol, n-butanol, benzyl alcohol, a methyl Cellosolve, an ethyl Cellosolve, an acetone, a methyl ethyl ketone, a cyclohexanone, methyl acetate, acetic-acid n-butyl, a dioxane a tetrahydrofuran methylene chloride, chloroform chlorobenzene, and toluene ] as a solvent used for these distributions -- or two or more sorts can be mixed and it can use

[0079] In addition, a charge generating layer may be formed on a charge transporting bed, and may be formed between an undercoating layer and a charge transporting bed.

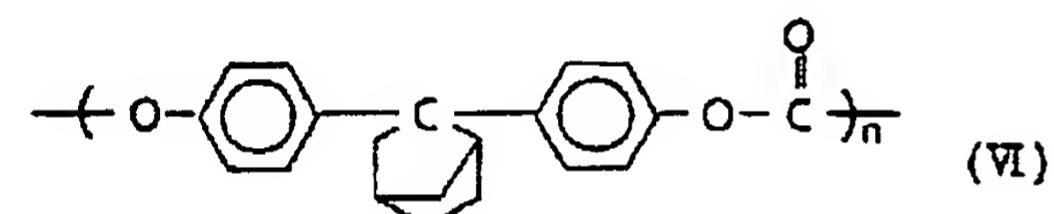
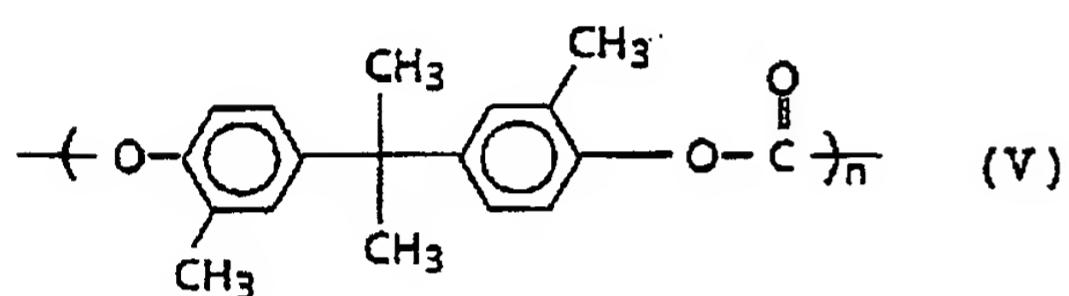
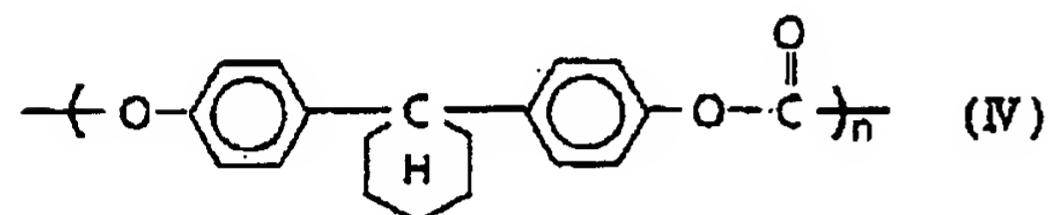
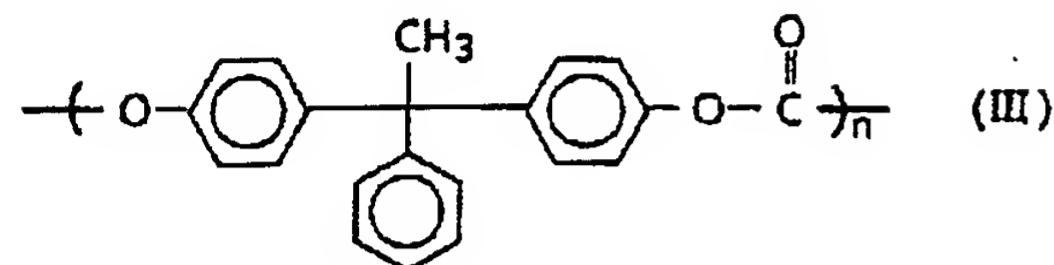
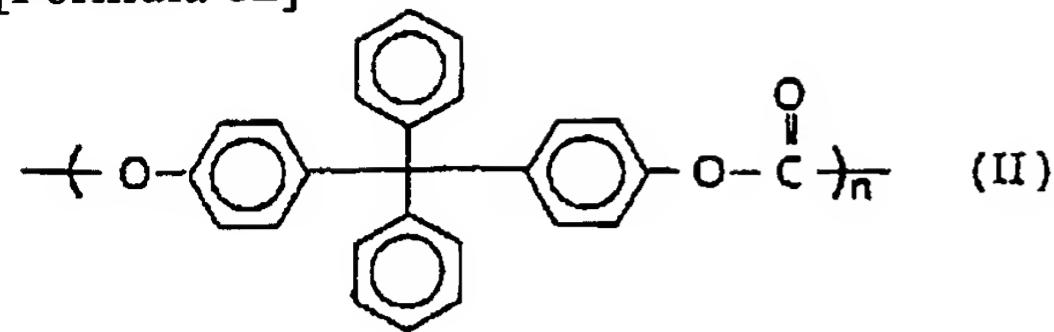
[0080] A charge transporting bed may use independently the silane compound shown by the general formula (I), and may use a fluorine content compound together further. Moreover, the material in which these and compatibility are possible may be used with the fluorine content compound used together by a silane compound and request, for example, it may be made to distribute in a well-known binder polymer, and you may use. Moreover, it may be stiffened and you may use. Moreover, the silane compound (/fluorine content compound) shown by the general formula (I), hydrazone system charge transportation material, triaryl amine system charge transportation material or stilbene system charge transportation material, and charge transportability polymer may be mixed and used, and it may be stiffened further and you may use.

[0081] Moreover, instead of the silane compound shown by the general formula (I), hydrazone system charge transportation material, triaryl amine system charge transportation material or stilbene system charge transportation material, and charge transportability polymer may be mixed and used, and it may be stiffened further and you may use.

[0082] As binder polymer used for a charge transporting bed Polycarbonate resin, polyester resin, methacrylic resin, acrylic resin, A polyvinyl chloride resin, a polyvinylidene chloride resin, polystyrene resin, A polyvinyl-acetate resin, a styrene-butadiene copolymer, a vinylidene-chloride-acrylonitrile copolymer, A vinyl chloride vinyl acetate copolymer, a vinyl chloride-vinyl acetate-maleic-anhydride copolymer, Although conductive resin, such as insulating resins, such as silicon resin, a silicon-alkyd resin, phenol-formaldehyde resin, and a styrene-alkyd resin, Polly N-vinylcarbazole, and polysilane, can be used, it is not limited to these. The polycarbonate resin shown by following structure-expression (II) - (VI) from points, such as compatibility and membrane formation nature, or the polycarbonate resin to which copolymerization of them was carried out is more desirable among these binder polymer.

[0083]

[Formula 12]



[0084] Among the above-mentioned structure expression, n expresses polymerization degree and specifically shows the integer of 50-3000. the compounding ratio (weight ratio) in the case of mixing other charge transportation material with the silane compound expressed with a general formula (I), and using -- 100/1 -1/100 -- desirable -- 90 / 10 - 10/90 -- it is 60 / 40 - 40/60 still more preferably furthermore, the compounding ratio (weight ratio) of the silane compound expressed with a general formula (I) when mixing these with binder polymer, and the sum of other charge transportation material and a binding resin -- 100 / 1 - 1/100 -- it is 80 / 20 - 50/50 preferably

[0085] Moreover, you may add a silane compound, a fluorine content compound, and the additive that can be dissolved besides charge transportation material or binder polymer.

[0086] When performing a hardening reaction, you may use a suitable catalyst, even if it carries out with a non-catalyst. The following is mentioned as a catalyst used at a hardening reaction. The iron salt of organic titanium compounds, such as organic tin compounds, such as tin, a tetrapod-n-butyl titanate, and tetrapod isopropyl titanate, and an organic carboxylic acid, manganese salt, cobalt salt, zinc salt, a zirconium salt, etc. are mentioned bases, such as acid catalysts, such as a hydrochloric acid, a sulfuric acid, formic acid, an acetic acid, and a trifluoroacetic acid, ammonia, and a triethylamine, a dibutyl tin diacetate, dibutyltin dioctoate, and for a start [ OKUE acid ].

[0087] Although it has a carbon-carbon unsaturated bond in a skeleton in the compound used for this invention, furthermore, about a hardening reaction As a catalyst, H2 PtCl6 and 6H2 O, and RhCl (PPh3)3, IrCl (CO) (PPh3)2 and Co2 8, Pt (C2 H4) (PPh3)2, and [Pt(C2 H4) Cl2]2 etc. -- it can mix with the independence or aforementioned catalyst, and a well-known hydrosilylation catalyst can also be used Moreover, although especially a limit does not have the temperature in the case of a hardening reaction, and humidity, it is desirable to set up to room temperature -150degreeC and 40 - 100%.

[0088] As the method of application at the time of preparing this charge transporting bed, the usual methods, such as the blade coating method, the wire bar coating method, the spray coating method, a dip coating method, the bead coating method, the air-knife-coating method, and the curtain coating method, can be used.

[0089] Moreover, 5-50 micrometers of thickness of a charge transporting bed are 10-30 micrometers preferably. Moreover, when forming a protective layer further on the charge transporting bed which consists of a usual charge transportation material and a usual binder, the compound and fluorine content compound which are expressed with the general formula (I) of this invention can be stiffened, and can be used. as the charge transporting bed in this case --

charge transportation material and a binder -- a weight ratio -- 10 / 90 - 70/30 -- it forms by 20 / 80 - 60/40 preferably Moreover, to a protective layer, you may mix a common binding resin which was used for a particle or the aforementioned charge transporting beds, such as distributor-shaft-coupling material, such as aluminum system distributor-shaft-coupling material, silane system distributor-shaft-coupling material, and titanate system distributor-shaft-coupling material, or colloidal silica, and the charge generating layer, and commercial hard-coat material if needed. the time of mixing other materials with the compound and fluorine content compound which are expressed with the general formula (I) of this invention, and using -- the ratio -- a weight ratio -- 100/1 -1/100 -- desirable -- 90 / 10 - 10/90 -- it is used by 70 / 30 - 20/80 still more preferably

[0090] As an usable coupling agent, in a surface-protection layer, moreover, an acetoxy aluminum JIISOPUROPI rate, Aluminum system distributor-shaft-coupling material and titanium n-butoxide, such as aceto ethoxy aluminum JIISOPUROPIRETO and aceto propoxy aluminum JIISOPUROPIRETO, Titanate system distributor-shaft-coupling material and vinyl trichlorosilanes, such as titanium ethoxide, Vinyltrimetoxysilane, vinyltriethoxysilane, gamma-glycidoxypromethylidetoxysilane, Gamma-glycidoxypromyltrimetoxysilane, gamma-glycidoxypromyltriethoxysilane, gamma-aminopropyl triethoxysilane, gamma-aminopropyl trimethoxysilane, gamma-aminopropyl methyl dimethoxysilane, N-beta (aminoethyl) gamma-aminopropyl triethoxysilane, Various distributor-shaft-coupling material, such as silane system distributor-shaft-coupling material, such as a tetramethoxy silane, methyl trimetoxysilane, and dimethyl dimethoxysilane, can be used. As commercial hard-coat material, moreover, KP-85 (Shin-etsu silicone company make), CR-39 (Shin-etsu silicone company make), X-12-2208 (Shin-etsu silicone company make), X-40-9740 (Shin-etsu silicone company make), X-41-1007 (Shin-etsu silicone company make), KNS-5300 (Shin-etsu silicone company make), X-40-2239 (Shin-etsu silicone company make), Hard-coat material, such as AY 42-440 (Dow Corning Toray Silicone make), AY 42-441 (Dow Corning Toray Silicone make), and AY 49-208 (Dow Corning Toray Silicone make), can be used.

[0091] The solvent which dissolves the material which forms a protective layer as a solvent used for formation of a protective layer, and does not commit a lower layer charge transporting bed is desirable, for example, since Cellosolves, such as aromatic system solvents, such as ether, such as alcohols, such as ethanol and a butanol cyclohexanol, diethylether, and dibutyl ether, a xylene, and p-cymene, a methyl Cellosolve, and an ethyl Cellosolve, are mentioned and a film firm [ especially dibutyl ether ] and uniform is obtained especially, it is desirable.

[0092] The hardening reaction of a protective layer can be performed like the case where the aforementioned charge transporting bed is hardened.

[0093] Moreover, 0.1-10 micrometers of 0.5-7 micrometers of thickness of a protective layer are preferably used by 1-5 micrometers still more preferably. As the method of application at the time of preparing this protective layer, the usual methods, such as the blade coating method, the MAIYA bar coating method, the spray coating method, a dip coating method, the bead coating method, the air-knife-coating method, and the curtain coating method, can be used.

[0094] When an electrophotography photo conductor is monolayer composition, the compound, fluorine content compound, and charge generating material which are expressed with a general formula (I) are mixed and used by the desired ratio. Although the aforementioned well-known charge transportation material, a well-known binder, a coupling agent, an antioxidant, a curing catalyst, etc. can be mixed as occasion demands and it can use, the compound and fluorine compound which are expressed with a general formula (I), and a combinable object are desirable, a film with the firm object which forms -O-Si-O-combination especially is obtained, and the material to add is also desirable.

[0095] the ratio of the compound:fluorine content compound expressed with a general formula (I) is used by 99:1-40:60 -- having -- desirable -- 95:5-50:50 -- it is used by 90:10-40:60 still more preferably Furthermore, a compound, a fluorine content compound, and charge generating material which are expressed with a general formula (I) when mixing other materials: The ratio of other materials is used by 99:1-40:60, and is used by 90:10-50:50 preferably [ it is desirable and ] to 95:5-45:55, and a pan.

[0096] 5-50-micrometer 10-40 micrometers are preferably suitable for membranous thickness. Furthermore, as the method of application of the electrophotography photo conductor of this monolayer, the usual methods, such as the blade coating method, the MAIYA bar coating method, the spray coating method, a dip coating method, the bead coating method, the air-knife-coating method, and the curtain coating method, can be used. independent [ in the usual solvents, such as a tetrahydrofuran, a chlorobenzene, toluene, a methylene chloride, chloroform, and a cyclohexanone, ] as a solvent used for an application -- or two or more sorts can be mixed and it can use

[0097] Furthermore, it is also possible to stiffen the above-mentioned layer by meanses, such as heating and gas conditioning. Under the present circumstances, as a fluorine content compound to be used, a fluorine content silane compound, fluorine content alcohol, a fluorine content olefin, etc. are desirable, and a fluorine content silane compound is especially desirable. Moreover, especially the object that can form -O-Si-O-combination according to a chemical reaction as a binder is desirable.

[0098]

[Example] Hereafter, an example explains this invention in detail.

[0099] (Synthetic example 1)

- Composition of a silane compound (1) - 3-iodine propyltrimethoxysilane 25g was put into the two-lot flask which carried out the nitrogen purge, and it was made to dissolve in toluene 200ml. Subsequently, triphenyl phosphine 27g was added. Then, after carrying out heating reflux for 7 hours, agitating, toluene is sufficient in the crystal which deposited, the bottom solvent of washing reduced pressure was removed, and 36.5g of phosphonium salt of a white crystal was obtained. The melting point of the obtained phosphonium salt was 102.0-102.5degreeC.

[0100] 15g of phosphonium salt was put into the two-lot flask which carried out the nitrogen purge, and it was made to dissolve in anhydrous dimethylformamide 300ml. Subsequently, the system of reaction was cooled to -5 degreeC, 1.05g of sodium hydrides was added, and it agitated for 15 minutes. Then, agitating, N-(4-formyl phenyl)-N-(3, 4-dimethylphenyl) biphenyl-4-amine 5.1g was added, and gradually, to the room temperature, temperature was raised and it agitated for 2 hours. After a reaction end and after having added methanol 10ml, having poured out reaction mixture into 3l. iced water further, extracting with toluene and removing the bottom solvent of reduced pressure, column refining (solvent : toluene) was carried out by silica gel, and silane compound (1)6g with oily light yellow was obtained. IR absorption spectrum of the obtained silane compound is shown in drawing 1.

[0101] (Synthetic example 2)

- Composition of a silane compound (12) - 15.9g of phosphonium salt compounded in the example 1 was put into the two-lot flask which carried out the nitrogen purge, and it was made to dissolve in anhydrous dimethylformamide 300ml. Subsequently, the system of reaction was cooled to -5 degreeC, 1.5g of sodium hydrides was added, and it agitated for 15 minutes. then -- while agitating -- 3 and 3' - dimethyl-N and N' - screw (4-formyl phenyl)-N and N' -- the - screw (3, 4-dimethylphenyl) -1 and 1' -- the - biphenyl -4 and 4' - diamine 6.0g was added, and gradually, to the room temperature, temperature was raised and it agitated for 2 hours. After a reaction end and after having added methanol 30ml, having poured out reaction mixture into 3l. iced water further, extracting with toluene and removing the bottom solvent of reduced pressure, column refining (solvent : toluene) was carried out by silica gel, and silane compound (12) 6.9g with oily light yellow was obtained. IR absorption spectrum of the obtained silane compound is shown in drawing 2.

[0102] (Synthetic example 3)

- Composition of a silane compound (4) - N-(4-formyl phenyl)-N-(3, 4-dimethylphenyl) biphenyl-4-amine 10g was put into the two-lot flask which carried out the nitrogen purge, and it was made to dissolve in toluene 100ml. Subsequently, four A1g of molecular sieves and 0.5g of Para toluenesulfonic acid were added. After dropping 3-aminopropyl trimethoxysilane 13g over 10 minutes and agitating at a room temperature for 5 hours, agitating after that, it flowed into 200ml water and extracted with toluene, and the organic layer was dried with sulfuric-anhydride magnesium, the bottom solvent of reduced pressure was distilled off, and silane compound (4)13.2g with oily light yellow was obtained. IR absorption spectrum of the obtained silane compound is shown in drawing 3.

[0103] (Synthetic example 4)

- Composition of a silane compound (5) - N-(4-HORUMIRU phenyl)-N-(3, 4-dimethylphenyl) biphenyl-4-amine 10g was put into the two-lot flask which carried out the nitrogen purge, and it was made to dissolve in toluene 100ml. Subsequently, four A1g of molecular sieves and 0.5g of Para toluenesulfonic acid were added. After dropping 3-aminopropyl triethoxysilane 13g over 10 minutes and agitating at a room temperature for 5 hours, agitating after that, it flowed into 200ml water and extracted with toluene, and the organic layer was dried with sulfuric-anhydride magnesium, the bottom solvent of reduced pressure was distilled off, and silane compound (5)13g with oily light yellow was obtained. IR absorption spectrum of the obtained silane compound is shown in drawing 4.

[0104] (Synthetic example 5)

- the two-lot flask which the silane compound (15) carried out synthetic - nitrogen purge -- 3 and 3' - dimethyl-N and N' - screw (4-HORUMIRU phenyl)-N and N' -- the - screw (3, 4-dimethylphenyl) -1 and 1' -- the - biphenyl -4 and 4' - diamine 10g was put in and it was made to dissolve in toluene 100ml. Subsequently, four A1g of molecular sieves and 1g of Para toluenesulfonic acid were added. After dropping 3-aminopropyl trimethoxysilane 12g over 10 minutes and agitating at a room temperature for 5 hours, agitating after that, it flowed into 200ml water and extracted with toluene, and the organic layer was dried with sulfuric-anhydride magnesium, the bottom solvent of reduced pressure was distilled off, and silane compound (15) 11g with oily light yellow was obtained. IR absorption spectrum of the obtained silane compound is shown in drawing 5.

[0105] (Synthetic example 6)

- the two-lot flask which the silane compound (16) carried out synthetic - nitrogen purge -- 3 and 3' - dimethyl-N and N' - screw (4-HORUMIRU phenyl)-N and N' -- the - screw (3, 4-dimethylphenyl) -1 and 1' -- the - biphenyl -4 and 4' -

diamine 10g was put in and it was made to dissolve in toluene 100ml. Subsequently, four A1g of molecular sieves and 1g of Para toluenesulfonic acid were added. After dropping 3-aminopropyl triethoxysilane 15g over 10 minutes and agitating at a room temperature for 5 hours, agitating after that, it flowed into 200ml water and extracted with toluene, and the organic layer was dried with sulfuric-anhydride magnesium, the bottom solvent of reduced pressure was distilled off, and silane compound (16) 12g with oily light yellow was obtained. IR absorption spectrum of the obtained silane compound is shown in drawing 6 .

[0106] (Synthetic example 7)

- Silane compound (1)6g manufactured in the synthetic example 1 was put into synthetic - eggplant type flask of a silane compound (6), and it was made to dissolve in mixture (tetrahydrofuran 20ml and ethanol 20ml). Subsequently, Pd-C0.1g was added 5%, it replaced from dryness hydrogen, and the mouth of a flask was made to react at a room temperature by the state where it connected with the dryness hydrogen source of supply for 15 hours. After filtering Pd-C after the reaction end and removing the bottom solvent of reduced pressure, column refining (solvent : toluene) was carried out by silica gel, and silane compound (6)4.2g with oily light yellow was obtained. IR absorption spectrum of the obtained silane compound is shown in drawing 7 .

[0107] (Synthetic example 8)

- Silane compound (12) 6.3g manufactured in the synthetic example 2 was put into synthetic - eggplant type flask of a silane compound (17), and it was made to dissolve in mixture (tetrahydrofuran 20ml and ethanol 20ml). Subsequently, Pd-C0.2g was added 5%, it replaced from dryness hydrogen, and the mouth of a flask was made to react at a room temperature by the state where it connected with the dryness hydrogen source of supply for 15 hours. After filtering Pd-C after the reaction end and removing the bottom solvent of reduced pressure, column refining (solvent : a hexane / ethyl-acetate = 1/1) was carried out by silica gel, and silane compound (17) 5.9g with oily light yellow was obtained. IR absorption spectrum of the obtained silane compound is shown in drawing 8 .

[0108] (Synthetic example 9)

- After putting in synthetic -1 of a chloro gallium phthalocyanine crystal, the 3-diimino iso indoline 30 weight section, and the 3 gallium-chloride 9.1 weight section into the quinoline 230 weight section and making it react in 200 degreeC for 3 hours, the product (\*\* cake) was carried out the \*\* exception, the acetone and the methanol washed, and subsequently, after drying a \*\* cake, the chloro gallium phthalocyanine crystal 28 weight section was obtained. the obtained chloro gallium phthalocyanine crystal 3 weight section -- an automatic mortar (Lab-Mill universal-time-21 type --) Dry grinding is carried out by the Yamato science company make for 3 hours. the 0.5 weight section with the glass-bead (1mmphi) 60 weight section Under a room temperature, After carrying out milling processing in the benzyl alcohol 20 weight section for 24 hours, carry out a glass bead a \*\* exception, and it washes and dries in the methanol 10 weight section. The chloro gallium phthalocyanine crystal (CG-1) which has  $2\theta=7.4$  degree, 16.6 degrees, 25.5 degrees, and a diffraction peak strong against 28.3 degrees by the powder X diffraction spectrum was obtained.

[0109] (Synthetic example 10)

- synthetic - phthalonitrile 50g of a dichlorotin phthalocyanine crystal, and 2nd tin of anhydrous chlorination 27g -- 1-crawl naphthalene 350ml -- after making it react [ be / under adding / it ] in 195 degreeC for 5 hours, the product was carried out the \*\* exception, 1-crawl naphthalene, an acetone, a methanol, and after washing with water subsequently, reduced pressure drying was carried out and 18.3g of dichlorotin phthalocyanine crystals was obtained. After it put 5g of obtained dichlorotin phthalocyanine crystals into the pot made from agate with 10g [ of salt ], and agate ball (20mmphi) 500g and the planet type ball mill (P-5 type, product made from FURITCHU) ground them by 400rpm for 10 hours, it fully rinsed and dried. After carrying out milling processing of the 0.5g with tetrahydrofuran 15g and glass-bead (1mmphi) 30g for bottom 24 hours of a room temperature, the glass bead was carried out the \*\* exception, it washed and dried with the methanol, and the dichlorotin phthalocyanine crystal (CG-2) which has  $2\theta=8.5$  degree, 11.2 degrees, 14.5 degrees, and a diffraction peak strong against 27.2 degrees by the powder X diffraction spectrum was obtained.

[0110] (Synthetic example 11)

- After dissolving the chloro gallium phthalocyanine crystal 3 weight section obtained in the example 10 of synthetic - composition of a hydroxy gallium phthalocyanine crystal in 0 degreeC in the concentrated-sulfuric-acid 60 weight section, the above-mentioned solution was dropped at the distilled water 450 weight section of 5 degreeC, and the crystal was re-deposited. After distilled water, rare aqueous ammonia, etc. washed, it dried and the hydroxy gallium phthalocyanine crystal of the 2.5 weight sections was obtained. After an automatic mortar grinds this crystal for 5.5 hours, the 0.5 weight section is milled for 24 hours with the dimethylformamide 15 weight section and the glass-bead 30 weight section with a diameter of 1mm. subsequently The hydroxy gallium phthalocyanine crystal (CG-3) which separates a crystal, dries after washing with a methanol, and has  $2\theta=7.5$  degree, 9.9 degrees, 12.5

degrees, 16.3 degrees, 18.6 degrees, 25.1 degrees, and a diffraction peak strong against 28.3 degrees by the powder X diffraction spectrum was obtained.

[0111] (Synthetic example 12)

- After putting in the composition -1 of an oxy-titanium phthalocyanine crystal, the 3-diimino iso indoline 30 weight section, and the titanium tetrapod butoxide 17 weight section into the 1-crawl naphthalene 200 weight section and making it react in bottom 190-degree of nitrogen air current C for 5 hours, the product was filtered, aqueous ammonia, water, and the acetone washed, and the oxy-titanium phthalocyanine 40 weight section was obtained. The oxy-titanium phthalocyanine crystal 5 weight section and the sodium chloride 10 weight section which were obtained were ground for 3 hours using the automatic mortar (Lab-MILL universal-time-21 type, the Yamato science company make). Then, with distilled water, it fully washed, it dried, and the oxy-titanium phthalocyanine crystal of the 4.8 weight sections was obtained. The obtained oxy-titanium phthalocyanine crystal was what shows a clear peak to  $2\theta=27.3$  degree by the powder X diffraction spectrum. After agitating the obtained oxy-titanium phthalocyanine crystal 2 weight section in 50 degreeC for 1 hour in the partially aromatic solvent of the distilled water 20 weight section and the monochlorobenzene 2 weight section, it filtered, and with the methanol, it washed enough, it dried, and the oxy-titanium phthalocyanine crystal (CG-4) which has a diffraction peak strong against  $2\theta=27.3$  degree by the powder X diffraction spectrum was obtained.

[0112] (Example 1)

(Formation of an undercoating layer) On the aluminum cylinder substrate of 30mmphi which carried out honing processing, the solution which consists of the zirconium compound (tradename : ORUGACHIKKUSU ZC540, Matsumoto Pharmaceuticals company make) 100 weight section, the silane compound (tradename : A1110, product made from Japanese YUNKA) 10 weight section, the isopropanol 400 weight section, and the butanol 200 weight section was applied by the dip coating method, stoving was carried out for 10 minutes in 150 degreeC, and the undercoating layer of 0.5 micrometers of thickness was formed.

(Formation of a charge generating layer) The chloro gallium phthalocyanine crystal 10 weight section produced in the synthetic example 9 It mixes with the polyvinyl-butyral-resin (tradename : id REKKU BM-S, Sekisui Chemical Co., Ltd. make) 10 weight section and the acetic-acid n-butyl 500 weight section. After it processed for 1 hour and the paint shaker distributed with the glass bead, the obtained application liquid was applied by the dip coating method on the above-mentioned undercoating layer, and carried out stoving for 10 minutes in 100 degreeC, and the charge generating layer of 0.18 micrometers of thickness was formed.

Next, the N and N-screw (3, 4-dimethylphenyl) biphenyl-4-amine (CT-1) 2 weight section, (Formation of a charge transporting bed) The 1 and 1'-G (p-phenylene) cyclohexane carbonate 3 weight section It dissolved in the monochlorobenzene 20 weight section, the obtained application liquid was applied by the dip coating method on the aluminum cylinder substrate in which the charge generating layer was formed, and stoving and the charge transporting bed of 15 micrometers of thickness were formed in 120 degreeC for 1 hour.

The silane compound (1) 10 weight section further produced in the synthetic example 1, (Formation of a surface-protection layer) The hard-coat agent (tradename : X-40 -2239, Shin-etsu silicon company make) 20 weight section, The phenyl triethoxysilane 3 weight section and the acetic-acid 1 weight section were mixed, the charge transporting bed was formed upwards, and the obtained application liquid is applied by the dip coating method, and carried out heat hardening in 100 degreeC for 1 hour, the surface-protection layer of 3 micrometers of thickness was formed, and the electrophotography photo conductor was obtained.

[0113] Thus, about the obtained electrophotography photo conductor, the laser beam printer (tradename : XP- 11, the product made from Fuji ZEROKUSU) performed the print test under the environment of high-humidity/temperature (35degreeC, 80%RH), and the quality of image after the 1st sheet and a 2000-sheet copy was evaluated. The result is shown in Table 9.

[0114] (Examples 2-9) The combination of charge generating material and a silane compound was changed as shown in Table 9, and the electrophotography photo conductor was produced and evaluated like the example 1. A result is shown in Table 9.

[0115] (Examples 10-15) They are N and N'-diphenyl to charge transportation material. - The electrophotography photo conductor was produced and evaluated like examples 1-9 except having used N and the N'-screw-(m-tolyl) benzidine (CT-2). A result is shown in Table 9.

[0116] (Example 16) The undercoating layer of 0.5 micrometers of thickness was formed on the aluminum cylinder substrate like examples 1-15, and the charge generating layer of 0.17 micrometers of thickness using the chloro gallium phthalocyanine crystal further produced in the synthetic example 10 as a charge generating material was formed.

[0117] Next, the polycarbonate resin 1 weight section expressed with a structure expression (II) as the silane compound (1) 1 weight section produced in the synthetic example 1 as a charge transportation material, and binder

polymer after dissolving in the MOROKURORO benzene 8 weight section and the acetic-acid 1 weight section and forming a charge generating layer in the obtained application liquid -- a dip coating method -- applying -- 100 degrees C -- setting -- 1-hour stoving -- it hardened and the charge transporting bed of 15 micrometers of thickness was formed [0118] Thus, the obtained electrophotography photo conductor was similarly estimated as examples 1-15. The result is shown in Table 10.

[0119] (Examples 17-27) The electrophotography photo conductor was created and evaluated like the example 16 except having changed binder polymer and the silane compound, as shown in Table 14. A result is shown in Table 15.

[0120] (Example 1 of comparison) The undercoating layer of 0.5 micrometers of thickness was formed on the aluminum cylinder substrate like examples 1-27, and the charge transporting bed of 0.15 micrometers of thickness was formed using the chloro gallium phthalocyanine crystal further produced in the synthetic example 10 as a charge transportation material.

[0121] Next, the polycarbonate resin 1 weight section expressed with a structure expression (II) as the triphenylamine 2 weight section and binder polymer as a charge transportation material was dissolved in the MOROKURORO benzene 8 weight section, the charge generating layer was formed upwards, and the obtained application liquid was applied by the dip coating method, and carried out stoving in 100 degrees C for 1 hour, and the charge transporting bed of 16 micrometers of thickness was formed.

[0122] Thus, the obtained electrophotography photo conductor was similarly estimated as examples 1-27. The result is shown in Table 15.

[0123]

[Table 14]

実施例	化合物 No.	電荷発生 材料	電荷輸送 材料	性 質	
				1枚コピー-後	2000枚コピー-後
1	(1)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
2	(1)	CG-2	CT-1	良 好	良 好
3	(1)	CG-3	CT-1	良 好	良 好
4	(1)	CG-4	CT-1	良 好	良 好
5	(4)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
6	(5)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
7	(13)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
8	(16)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
9	(17)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
10	(1)	CG-1	CT-2	良 好	良 好
11	(4)	CG-1	CT-2	良 好	良 好
12	(5)	CG-1	CT-2	良 好	良 好
13	(13)	CG-1	CT-2	良 好	良 好
14	(16)	CG-1	CT-2	良 好	良 好
15	(17)	CG-1	CT-2	良 好	良 好

[0124]

[Table 15]

実施例	化合物 No.	CTL バイ ンダー	性 質	
			1枚コピー-後	2000枚コピー-後
16	(1)	(II)	良 好	良 好
17	(1)	(III)	良 好	良 好
18	(1)	(IV)	良 好	良 好
19	(1)	(V)	良 好	良 好
20	(1)	(VI)	良 好	良 好
21	(1)	(VII)	良 好	良 好
22	(6)	(III)	良 好	良 好
23	(6)	(IV)	良 好	良 好
24	(13)	(III)	良 好	良 好
25	(13)	(IV)	良 好	良 好
26	(18)	(III)	良 好	良 好
27	(18)	(IV)	良 好	良 好
比較例 1	NPh <sub>3</sub>	(II)	良 好	一部、かぶり を生じた

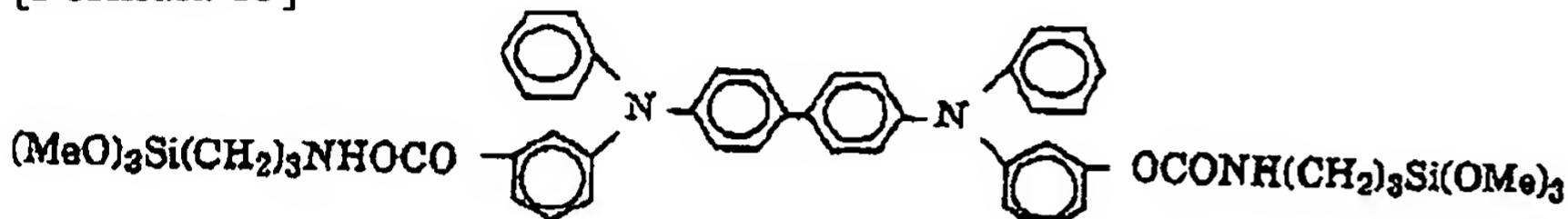
[0125] (Examples 28-46) The combination of charge generating material and a silane compound was changed as shown in Table 16, and the electrophotography photo conductor was produced and evaluated like examples 2-9. A result is shown in Table 16.

[0126] (Example 2 of comparison) The undercoating layer of 0.5 micrometers of thickness was formed on the aluminum cylinder base like the example, the charge generating layer of 0.15 micrometers of thickness was formed using the chloro gallium phthalocyanine crystal further created in the synthetic example 10 as a charge transportation material, on it, the N and N-screw (3, 4-dimethylphenyl) biphenyl-4-amine (CT-1) was used, and the charge transporting bed of 15 micrometers of thickness was formed.

[0127] The silane compound (CT-3) 10 section expressed with the following structure expressions, the hard-coat material (Shin-etsu silicon company make, X-40-2239) 20 section and the phenyl triethoxysilane 3 section, and the acetic-acid 1 section were mixed, the transporting bed was formed upwards, and the obtained application liquid was applied by the dip coating method, and carried out heat hardening in 100 degreeC for 1 hour, the surface-protection layer of 2.5 micrometers of thickness was formed, and the electrophotography photo conductor was obtained.

[0128]

[Formula 13]



[0129] Thus, the obtained electrophotography photo conductor was similarly estimated as the example. The result is shown in Table 16.

[0130] (Examples 47-66) The combination of charge generating material and a silane compound was changed as shown in Table 17, and the electrophotography photo conductor was produced and evaluated like examples 16-29. A result is shown in Table 17.

[0131] (Example 3 of comparison) It evaluated by creating an electrophotography photo conductor like the example 2 of comparison except having used the silane compound (CT-3) used in the example 1 of comparison as a charge transporting bed. The result is shown in Table 17.

[0132]

[Table 16]

実施例 No	化合物 No	電荷発生 材料	電荷輸送 材料	画質	
				1枚コピー後	2000枚コピー後
28	29	CG-1	CT-1	良好	良好
29	30	CG-1	CT-1	良好	良好
30	30	CG-2	CT-1	良好	良好
31	30	CG-3	CT-1	良好	良好
32	30	CG-4	CT-1	良好	良好
33	31	CG-1	CT-1	良好	良好
34	32	CG-1	CT-1	良好	良好
35	35	CG-1	CT-1	良好	良好
36	36	CG-1	CT-1	良好	良好
37	37	CG-1	CT-1	良好	良好
38	38	CG-1	CT-1	良好	良好
39	29	CG-1	CT-2	良好	良好
40	30	CG-1	CT-2	良好	良好
41	31	CG-1	CT-2	良好	良好
42	32	CG-1	CT-2	良好	良好
43	35	CG-1	CT-2	良好	良好
44	36	CG-1	CT-2	良好	良好
45	37	CG-1	CT-2	良好	良好
46	38	CG-1	CT-2	良好	良好
比較例 2	CT-3	CG-1	CT-1	若干の画像流れ	若干の画像流れ

[0133]

[Table 17]

実施例	化合物 No.	CTL バイ ンダー	性 質	
			1枚コピ-後	2000枚コピ-後
47	29	(VI)	良 好	良 好
48	29	(VII)	良 好	良 好
49	30	(II)	良 好	良 好
50	30	(III)	良 好	良 好
51	30	(IV)	良 好	良 好
52	30	(V)	良 好	良 好
53	30	(VI)	良 好	良 好
54	30	(VII)	良 好	良 好
55	31	(III)	良 好	良 好
56	31	(IV)	良 好	良 好
57	32	(III)	良 好	良 好
58	32	(IV)	良 好	良 好
59	35	(III)	良 好	良 好
60	35	(IV)	良 好	良 好
61	36	(III)	良 好	良 好
62	36	(IV)	良 好	良 好
63	37	(III)	良 好	良 好
64	37	(IV)	良 好	良 好
65	38	(III)	良 好	良 好
66	38	(IV)	良 好	良 好
比較例 3	CT-3	(II)	若干の画像流れ れ	若干の画像流れ れ

[0134] Since the silane compound excellent in solubility, membrane formation nature, and compatibility is used for this example as shown in a table, it has a firm film, and has the mechanical strength which was excellent for this reason, and repeat stability, and it turns out that it is high sensitivity.

[0135] (Example 67)

They are the zirconium compound (tradename : ORUGACHIKKUSU ZC540, Matsumoto Pharmaceuticals company make) 100 section and the silane compound (tradename : A1110, product made from Japanese YUNKA) 10 section, and i-propanol on the aluminum cylinder substrate of 30mmphi which carried out <production of undercoating layer> honing processing. The solution which consists of the 400 sections and the butanol 200 section was applied by the dip coating method, stoving was carried out for 10 minutes in 150 degreeC, and the undercoating layer of 0.5 micrometers of

[0136] The chloro gallium phthalocyanine crystal 10 section compounded in the example 9 of <production of charge generating layer> composition It mixes with the polyvinyl-butyl-resin (tradename : id REKKU BM-S, Sekisui Chemical Co., Ltd. make) 10 section and the acetic-acid n-butyl 500 section. After it processed for 1 hour and the paint shaker distributed with the glass bead, the obtained application liquid was applied by the dip coating method on the above-mentioned undercoating layer, and carried out stoving for 10 minutes in 100 degreeC, and the charge generating layer of 0.18 micrometers of thickness was formed.

[0137] The <production of charge transporting bed> next N, and N-screw (3, 4-dimethylphenyl) biphenyl-4-amine (coal-tar-mixture-1) 2 section, The 1 and 1'-G (p-phenylene) cyclohexane carbonate 3 section It dissolved in the monochlorobenzene 20 section, the obtained application liquid was applied by the dip coating method on the aluminum cylinder substrate in which the charge generating layer was formed, stoving was performed in 120 degreeC for 1 hour, and the charge transporting bed of 15 micrometers of thickness was formed.

[0138] <production of a surface-protection layer> -- further -- the compound (1) 10 section and a binder (Shin-etsu silicon company make --) The X-40-2239 20 section, the PTFE3 section which is a fluorine content compound, Churning mixture of the 1N-hydrochloric-acid 1 section and the dibutyl ether 30 section is carried out for 15 minutes. After the transporting bed was formed upwards, and it applied the obtained application liquid by the dip coating method and it carried out stoving in 120 degreeC for 1 hour, it was made to harden at 80 more degrees (80% of humidity) for 1.5 hours, and the surface-protection layer of 3 micrometers of thickness was formed, and the photo conductor was obtained.

[0139] Thus, the obtained photo conductor for electrophotography was recorded in the system (XP-11; Fuji Xerox

make), and the PPC form of B4 performed the durability test of 10,000 sheets. The result is shown in Table 22.  
 [0140] (Examples 68-116) The combination of the compound expressed with a general formula (I), a fluorine content compound, and a catalyst was changed as shown in Tables 18 and 19, and the photo conductor for electrophotography was produced and evaluated like the example 1. A result is shown in Tables 20, 21, and 22.

[0141] (Example 4 of comparison) The photo conductor for electrophotography which does not prepare the surface-protection layer of each above-mentioned example was created, and same evaluation was performed. A result is shown in Table 22.

[0142] (Examples 5-13 of comparison) As for the good protective layer, neither was obtained by the white blush mark etc. although the N and N-screw (3, 4-dimethylphenyl) biphenyl-4-amine (coal-tar-mixture-1) was used instead of the compound expressed with a general formula (I) as charge transportation material, the combination of a fluorine content compound and a catalyst was changed like the above-mentioned examples 68-116 as shown in Table 19, and the protective layer was made to form.

[0143] An N and N-screw (3, 4-dimethylphenyl) biphenyl-4-amine (coal-tar-mixture-1) is used instead of the compound expressed with a general formula (I) as charge transportation material. (Example 14 of comparison) Furthermore, the polycarbonate expressed with the aforementioned structure expression (IV) as a binder is used, and it is  $F(CF_2)_8 CH_2 CH_2 Si(OMe)_3$  as a fluorine content compound. Although it used and the protective layer was made to form like the aforementioned examples 68-116 Since compatibility was bad, it milked and the good protective layer was not obtained.

[0144]

Table 18

実施例	化合物No	フッ素含有化合物	触媒	その他
67	(1)	PTFB	1N-HCl	
68	(4)	"	"	
69	(6)	"	"	
70	(13)	"	"	
71	(15)	"	"	
72	(17)	"	"	
73	(1)	$CF_3CF_2CH_2OMe$	"	
74	(4)	"	"	
75	(6)	"	"	
76	(13)	"	"	
77	(15)	"	"	
78	(17)	"	"	
79	(1)	$F(CF_3)_2COOMe$	"	
80	(4)	"	"	
81	(6)	"	"	
82	(13)	"	"	
83	(15)	"	"	
84	(17)	"	"	
85	(1)	$F(CF_3)_2COOH$	—	
86	(4)	"	—	
87	(6)	"	—	
88	(13)	"	—	
89	(15)	"	—	
90	(17)	"	—	
91	(1)	$F(CF_3)_2CH_2NH_2$	—	
92	(4)	"	—	
93	(6)	"	—	
94	(13)	"	—	
95	(15)	"	—	
96	(17)	"	—	

[0145]

Table 19

実施例	化合物No	フッソ含有化合物	触媒	その他の
97	(1)	$\text{P}(\text{CF}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	1N-HCl	
98	(4)	"	"	
99	(6)	"	"	
100	(13)	"	"	
101	(15)	"	"	
102	(17)	"	"	
103	(1)	$\text{P}(\text{CF}_3)_2\text{CH}=\text{CH}_2$	"	$\text{H}_2\text{PtCl}_6\text{H}_2\text{O}/\text{O}_1\text{部}$ $\text{PhSi}(\text{OBu}_2)_2\text{H}/\text{4部}$
104	(13)	"	"	"
105	(1)	$\text{P}(\text{CF}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	"	
106	(4)	"	"	
107	(6)	"	"	
108	(13)	"	"	
109	(15)	"	"	
110	(17)	"	"	
111	(1)	$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	"	
112	(4)	"	"	
113	(6)	"	"	
114	(13)	"	"	
115	(15)	"	"	
116	(17)	"	"	
比較例 5	CTM-1	PTFE	"	
6	"	$\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OMe}$	"	
7	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_2\text{COOMe}$	"	
8	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_2\text{COOH}$	—	
9	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_2\text{CH}_2\text{NH}_2$	—	
10	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	1N-HCl	
11	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_2\text{CH}=\text{CH}_2$	"	$\text{H}_2\text{PtCl}_6\text{H}_2\text{O}/\text{O}_1\text{部}$ $\text{PhSi}(\text{OBu}_2)_2\text{H}/\text{4部}$
12	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	"	
13	"	$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	"	

[0146]  
[Table 20]

実施例	1万枚コピー後の状態			
	コピー画質	感光体磨耗量 (nm)	感光体表面状態	感光体付着物
67	良好	410	良好	無し
68	良好	436	良好	無し
69	良好	414	良好	無し
70	良好	403	良好	無し
71	良好	409	良好	無し
72	良好	405	良好	無し
73	良好	650	良好	無し
74	良好	679	良好	無し
75	良好	652	良好	無し
76	良好	613	良好	無し
77	良好	608	良好	無し
78	良好	604	良好	無し
79	良好	483	良好	無し
80	良好	503	良好	無し
81	良好	472	良好	無し
82	良好	426	良好	無し
83	良好	411	良好	無し
84	良好	416	良好	無し
85	良好	497	良好	無し
86	良好	489	良好	無し
87	良好	494	良好	無し
88	良好	478	良好	無し
89	良好	481	良好	無し
90	良好	475	良好	無し

[0147]

Table 21

実施例	1万枚コピー後の状態			
	コピー画質	感光体磨耗量 (nm)	感光体表面状態	感光体付着物
91	良好	375	良好	無し
92	良好	369	良好	無し
93	良好	381	良好	無し
94	良好	359	良好	無し
95	良好	367	良好	無し
96	良好	344	良好	無し
97	良好	216	良好	無し
98	良好	228	良好	無し
99	良好	203	良好	無し
100	良好	197	良好	無し
101	良好	190	良好	無し
102	良好	176	良好	無し
103	良好	289	良好	無し
104	良好	259	良好	無し
105	良好	75	良好	無し
106	良好	87	良好	無し
107	良好	79	良好	無し
108	良好	43	良好	無し
109	良好	40	良好	無し
110	良好	29	良好	無し
111	良好	206	良好	無し
112	良好	219	良好	無し
113	良好	201	良好	無し
114	良好	185	良好	無し

[0148]

[Table 22]

実施例	1万枚コピー後の状態			
	コピー画質	感光体磨耗量 (nm)	感光体表面状態	感光体付着物
115	良好	194	良好	無し
116	良好	182	良好	無し
比較例 4	画質による画質欠陥発生	880	若干の傷	若干の付着物

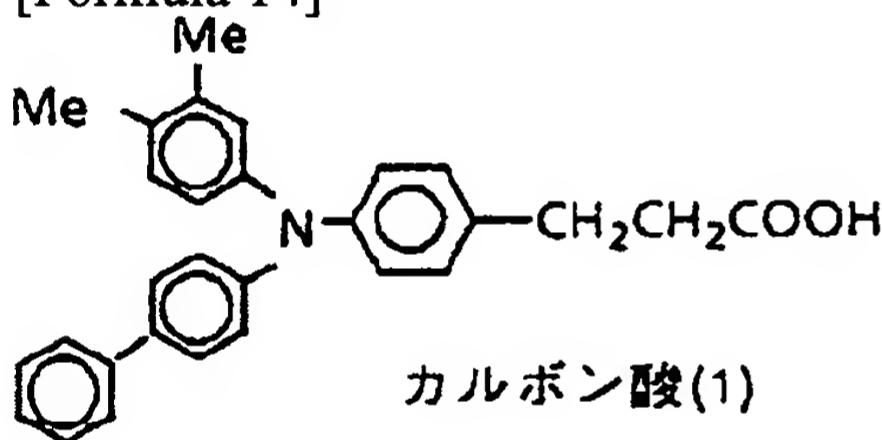
[0149] A firm film is formed, and each electrophotography photo conductor of the example containing the compound expressed with a general formula (I) and the fluorine content compound is extremely excellent in endurance and environmental stability, and it turns out that it is high sensitivity so that more clearly than the result of Tables 18-22. It turns out that what, on the other hand, does not contain the compound expressed with a general formula (I) as charge transportation material even if it contains a fluorine content compound cannot form a suitable protective layer.

### [0150] (Synthetic example 13)

- the carboxylic acid (1) shown in the 200ml two-lot flask which the compound (112) carried out synthetic - nitrogen purge with the following structure expression --g [ 10.1 ], 1, and 8-diazabicyclo [5, 4, 0]-7-undecene 4.6g was dissolved in dimethylformamide 50ml, and it heated at 100 degrees Trimethoxysilane 7.6g was added after that (chloro methyl) (phenylethyl), and it agitated at 100 degrees for 4 hours. Then, toluene 500ml was added, 500ml distilled water washed twice, after having added anhydrous sodium sulfate to the organic layer, drying and removing the bottom solvent of reduced pressure, column refining (solvent : toluene/methylene chloride) was carried out by silica gel, and 7.1g (112) of light yellow oil-like silane compounds was obtained. IR absorption spectrum of the obtained silane compound is shown in drawing 9 .

〔0151〕

[Formula 14]

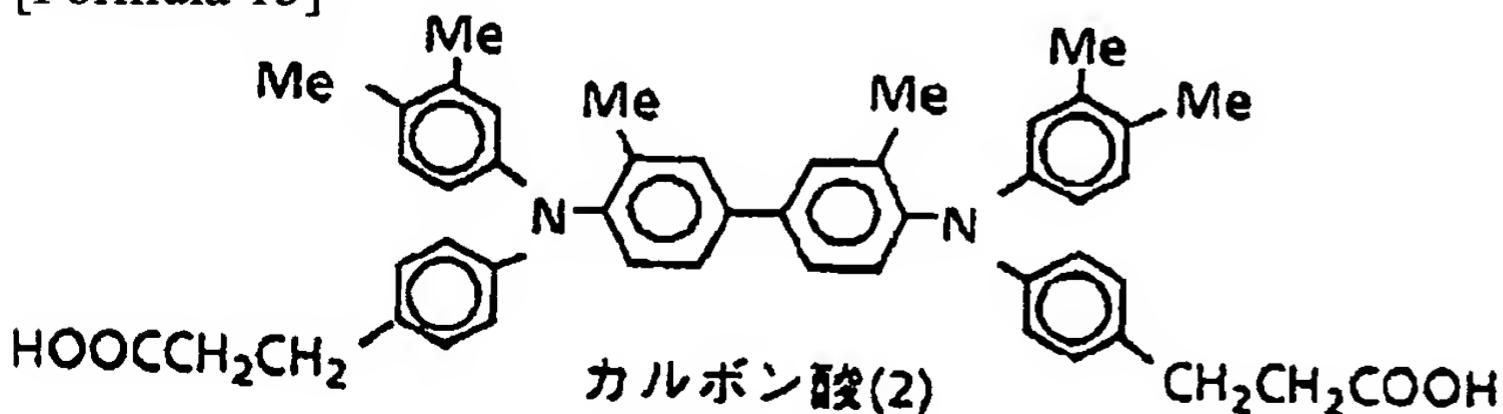


### [0152] (Synthetic example 14)

- the carboxylic acid (2) shown in the 200ml eggplant type flask which the compound (150) carried out synthetic - nitrogen purge with the following structure expression --g [ 14.3 ], 1, and 8-diazabicyclo [5, 4, 0]-7-undecene 7.3g was dissolved in dimethylformamide 50ml, and it heated at 100 degrees Trimethoxysilane 12.4g was added after that (chloro methyl) (phenylethyl), and it agitated at 100 degrees for 6 hours. then, \*\* cerite for the insoluble matter which added toluene 500ml and 300ml of distilled water, and deposited -- another -- the bottom After 500ml distilled water's having washed the induction layer twice, and having added anhydrous sodium sulfate, drying and removing the bottom solvent of reduced pressure, column refining (solvent : toluene/methylene chloride) was carried out by silica gel, and 12.1g (150) of light yellow oil-like silane compounds was obtained. IR absorption spectrum of the obtained silane compound is shown in drawing 10 .

[0153]

[Formula 15]



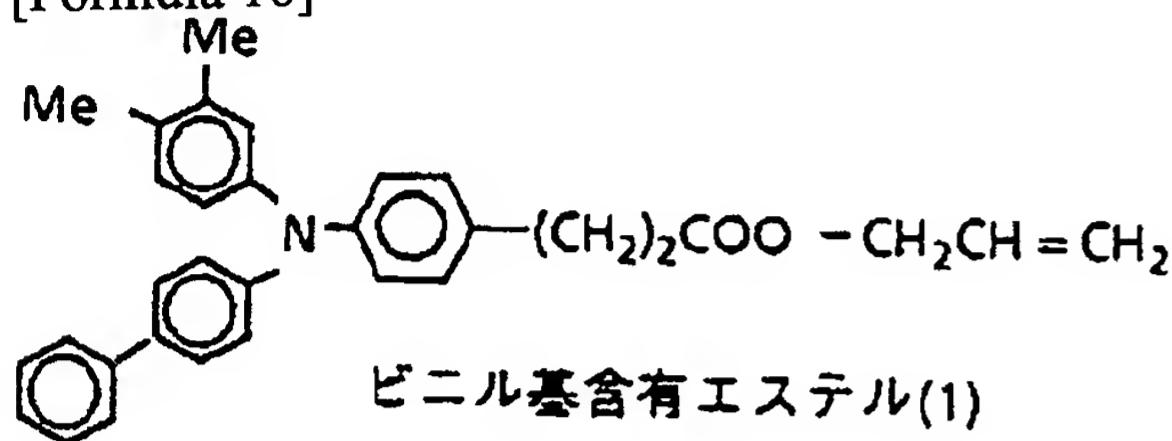
### [0154] (Synthetic example 15)

- Composition of a compound (111) - Carboxylic-acid (1)5.0g and allyl alcohol 5.0g shown in the 300ml two-lot flask which carried out the nitrogen purge with the above-mentioned structure expression were taken, and it was made to

dissolve in 100ml toluene. Furthermore, 1ml of concentrated sulfuric acids was dropped, and it agitated for 15 hours. Then, after flowed into 200ml distilled water, having performed washing twice, having added anhydrous sodium sulfate to the organic layer, drying and removing the bottom solvent of reduced pressure, column refining (solvent : toluene) was carried out by silica gel, and vinyl-group content ester (1)5.2g which refines by the recrystallizing method further and is shown with the following structure expression was obtained (melting point 107-109degreeC, white crystal). IR absorption spectrum of the obtained compound is shown in drawing 11.

[0155]

[Formula 16]



[0156] When 0.1ml H<sub>2</sub> PtCl<sub>6</sub> 6H<sub>2</sub>O (1% isopropanol solution) was dropped having taken vinyl-group content ester (1)3g and trimethoxysilane 3g in the 200ml two-lot flask which carried out the nitrogen purge, and agitating in it, the raw material dissolved with advance of a reaction. After agitating then for 3 hours, it washed by adding toluene 50ml and flowing into 100ml of distilled water. Furthermore, after having added anhydrous sodium sulfate to the organic layer, drying and removing the bottom solvent of reduced pressure, column refining (solvent : toluene/ethyl acetate) was carried out by silica gel, and 7.1g (111) of light yellow oil-like silane compounds was obtained. IR absorption spectrum of the obtained silane compound is shown in drawing 12.

(Examples 117-124) About a silane compound (111) and (150) as well as examples 2-9, the combination of charge transportation material and charge generating material was changed as shown in the following table 23, and it evaluated by creating an electrophotography photo conductor.

[0157]

[Table 23]

実施例	化合物 No.	電荷発生 材料	電荷輸送 材料	画 質	
				1枚コピー-後	2000枚コピー-後
117	111	CG-1	CT-1	良 好	良 好
118	111	CG-2	CT-1	良 好	良 好
119	111	CG-3	CT-1	良 好	良 好
120	111	CG-4	CT-1	良 好	良 好
121	150	CG-1	CT-1	良 好	良 好
122	150	CG-2	CT-1	良 好	良 好
123	150	CG-3	CT-1	良 好	良 好
124	150	CG-4	CT-1	良 好	良 好

[0158] Since the silane compound excellent in solubility, membrane formation nature, and compatibility is used for this example as shown in a table, it has a firm film, and has the mechanical strength which was excellent for this reason, and repeat stability, and it turns out that it is high sensitivity.

(Examples 125-128) About a silane compound (111) and (150) as well as examples 16-29, the combination of a binder was changed as shown in the following table 24, and it evaluated by creating an electrophotography photo conductor.

[0159]

[Table 24]

実施例	化合物 No.	CTL バイ ンダー	画 質	
			1枚コピー-後	2000枚コピー-後
125	111	(IV)	良 好	良 好
126	111	(V)	良 好	良 好
127	150	(IV)	良 好	良 好
128	150	(V)	良 好	良 好

[0160] As a table shows, also in combination with a binder, it turns out that it has a firm film, and has the mechanical strength which was excellent for this reason, and repeat stability, and a high sensitivity electrophotography photo

conductor is obtained.

[0161] (Examples 129-144) The combination of the compound expressed with a general formula (I), a fluorine content compound, and a catalyst was changed as shown in Table 25, and the photo conductor for electrophotography was produced and evaluated like the example 1. A result is shown in Table 26.

[0162]

[Table 25]

実施例	化合物No.	フッソ含有化合物	触媒
129	111	PTFE	1N-HCl
130	111	CF <sub>3</sub> CF <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OMe	"
131	111	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOMe	"
132	111	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOH	—
133	111	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	—
134	111	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>8</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	1N-HCl
135	111	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>8</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>	"
136	111	CF <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>	"
137	150	PTFE	1N-HCl
138	150	CF <sub>3</sub> CF <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OMe	"
139	150	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOMe	"
140	150	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOH	—
141	150	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	—
142	150	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>8</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	1N-HCl
143	150	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>8</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>	"
144	150	CF <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>	"

[0163]

[Table 26]

実施例	1万枚コピー後の状態			
	コピー画質	感光体磨耗量 (nm)	感光体表面状態	感光体付着物
129	良好	430	良好	無し
130	良好	642	良好	無し
131	良好	453	良好	無し
132	良好	527	良好	無し
133	良好	405	良好	無し
134	良好	254	良好	無し
135	良好	91	良好	無し
136	良好	232	良好	無し
137	良好	411	良好	無し
138	良好	625	良好	無し
139	良好	423	良好	無し
140	良好	509	良好	無し
141	良好	416	良好	無し
142	良好	225	良好	無し
143	良好	65	良好	無し
144	良好	210	良好	無し

[0164] A firm film is formed, and each electrophotography photo conductor of the example containing the compound expressed with a general formula (I) and the fluorine content compound is extremely excellent in endurance and environmental stability, and it turns out that it is high sensitivity so that more clearly than the result of Table 26. That is, in combination with a fluorine content compound, it turns out that improvement in an effect is found more.

[0165]

[Effect of the Invention] Since the compound excellent in solubility, membrane formation nature, and compatibility is used for this invention, a firm film is formed and it can offer the electrophotography photo conductor which was excellent in environmental stability with the high sensitivity whose mechanical strength improved.

[Translation done.]

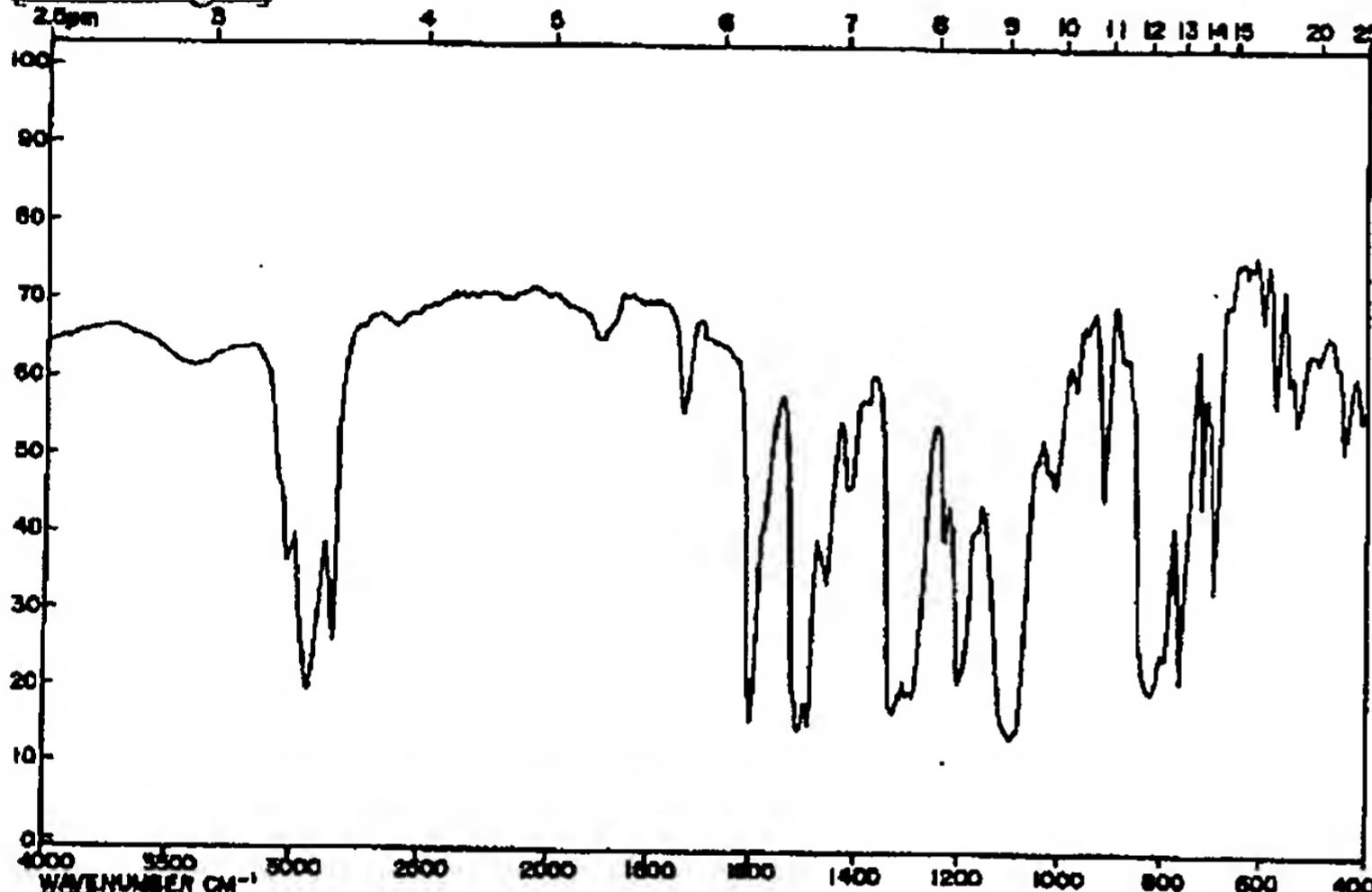
## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

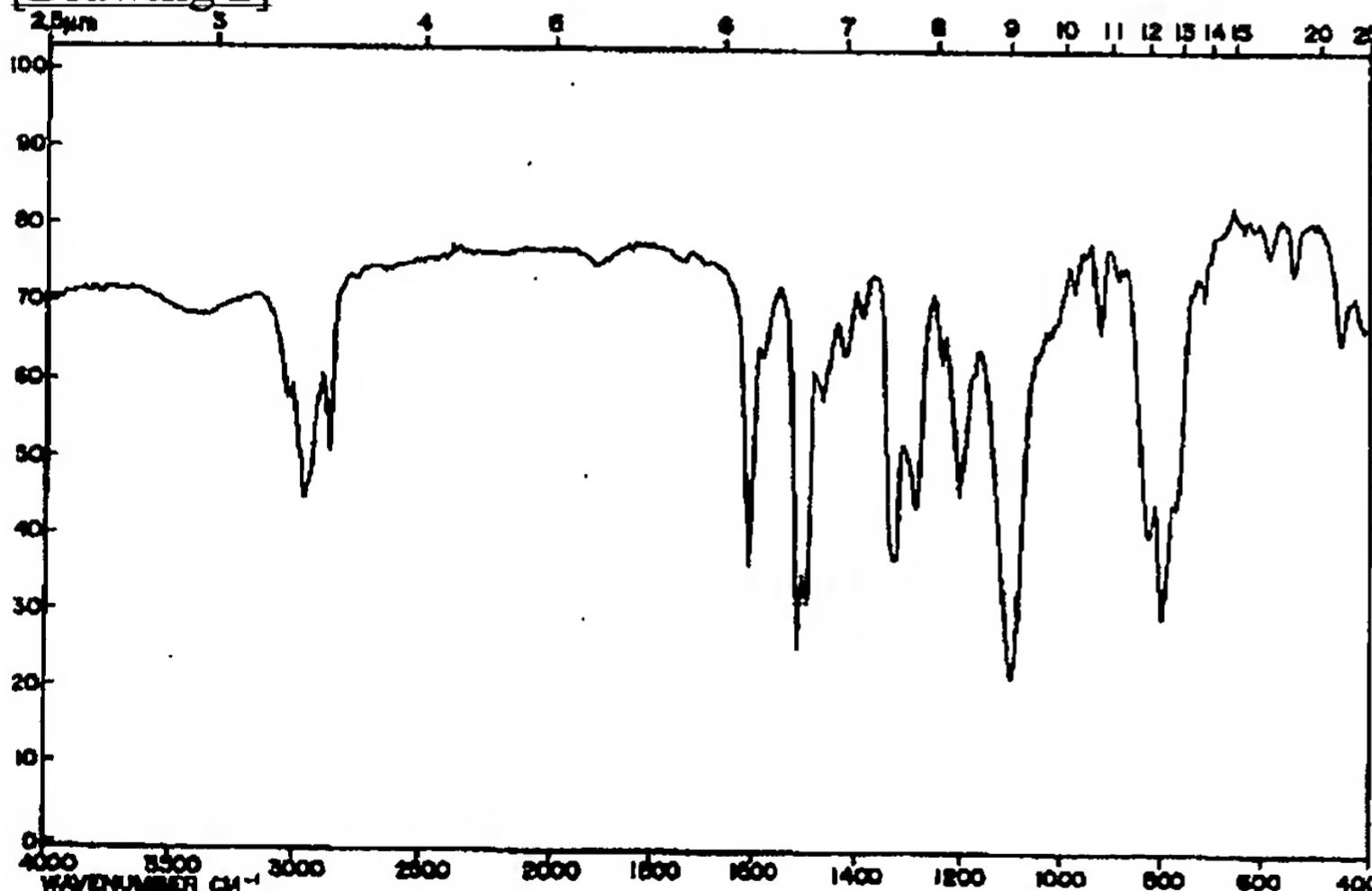
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

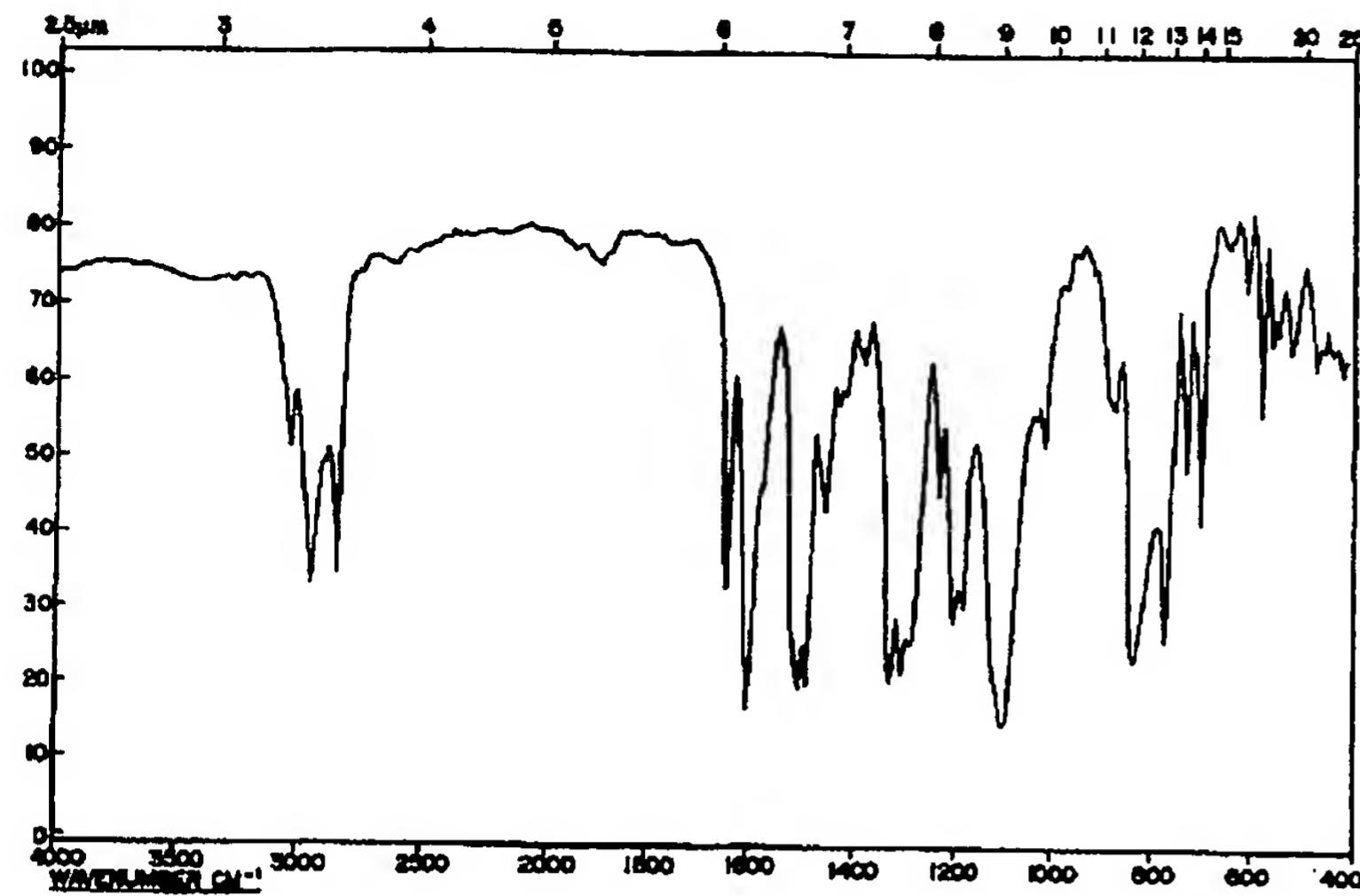
[Drawing 1]



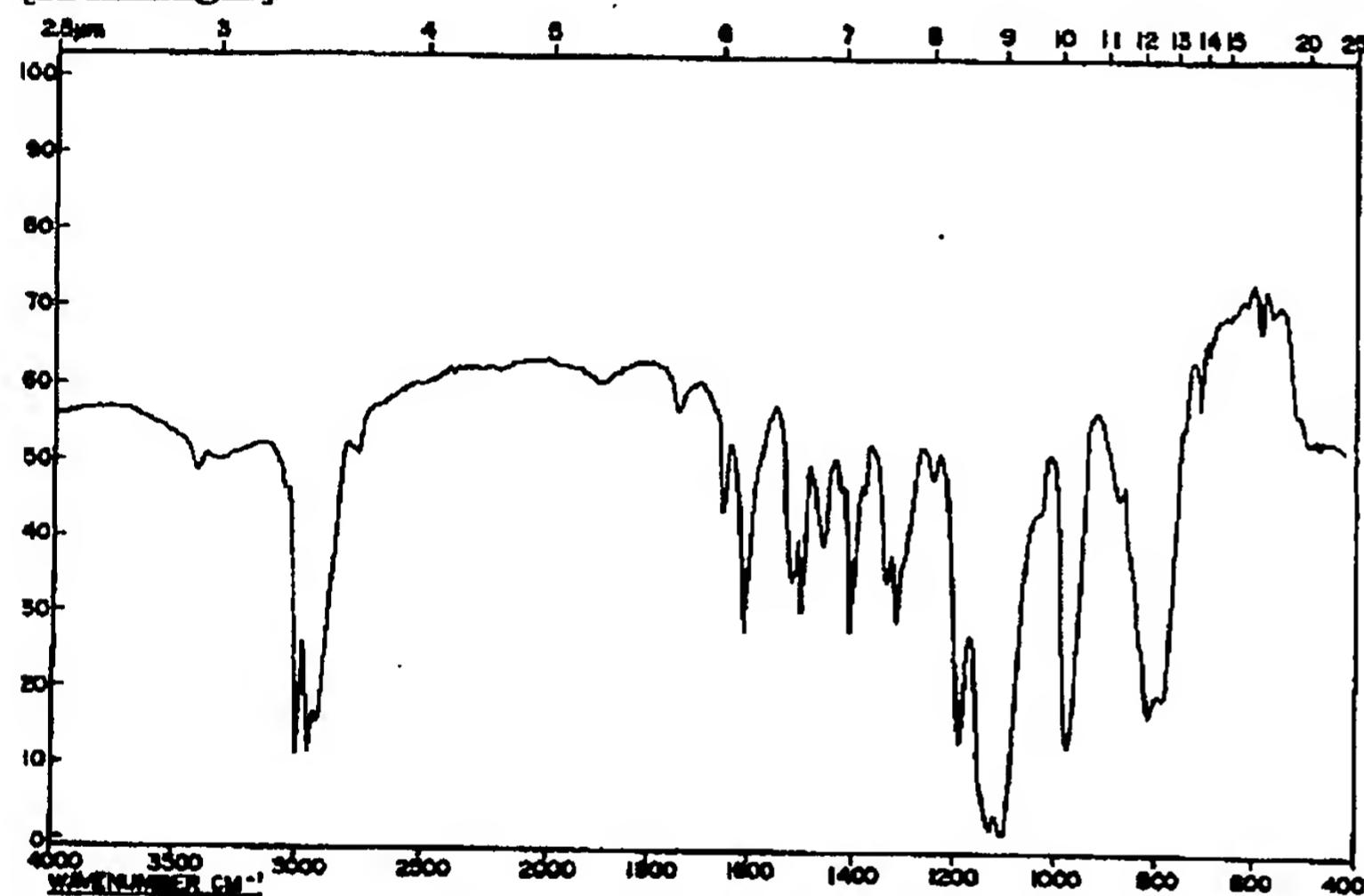
[Drawing 2]



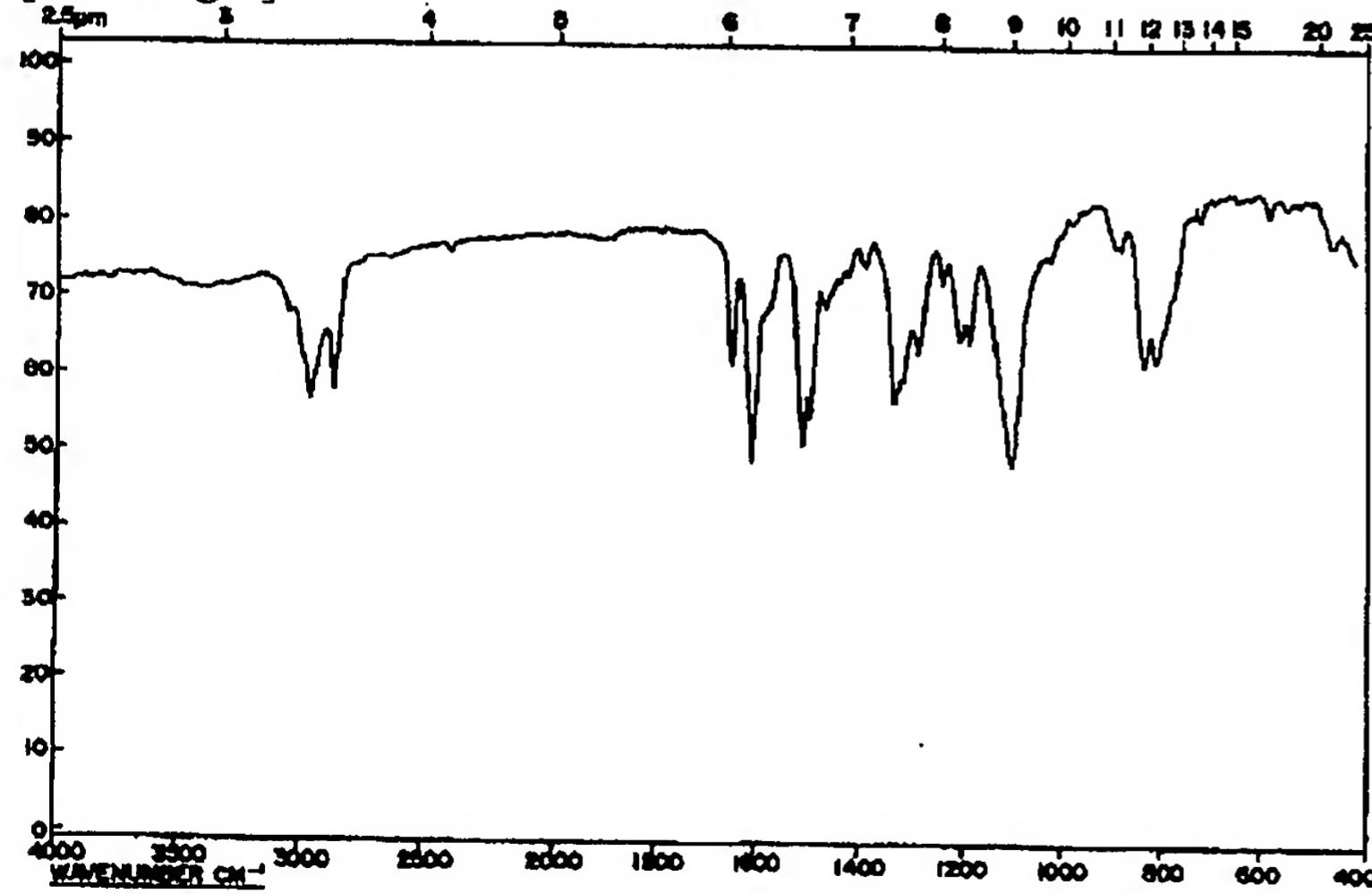
[Drawing 3]



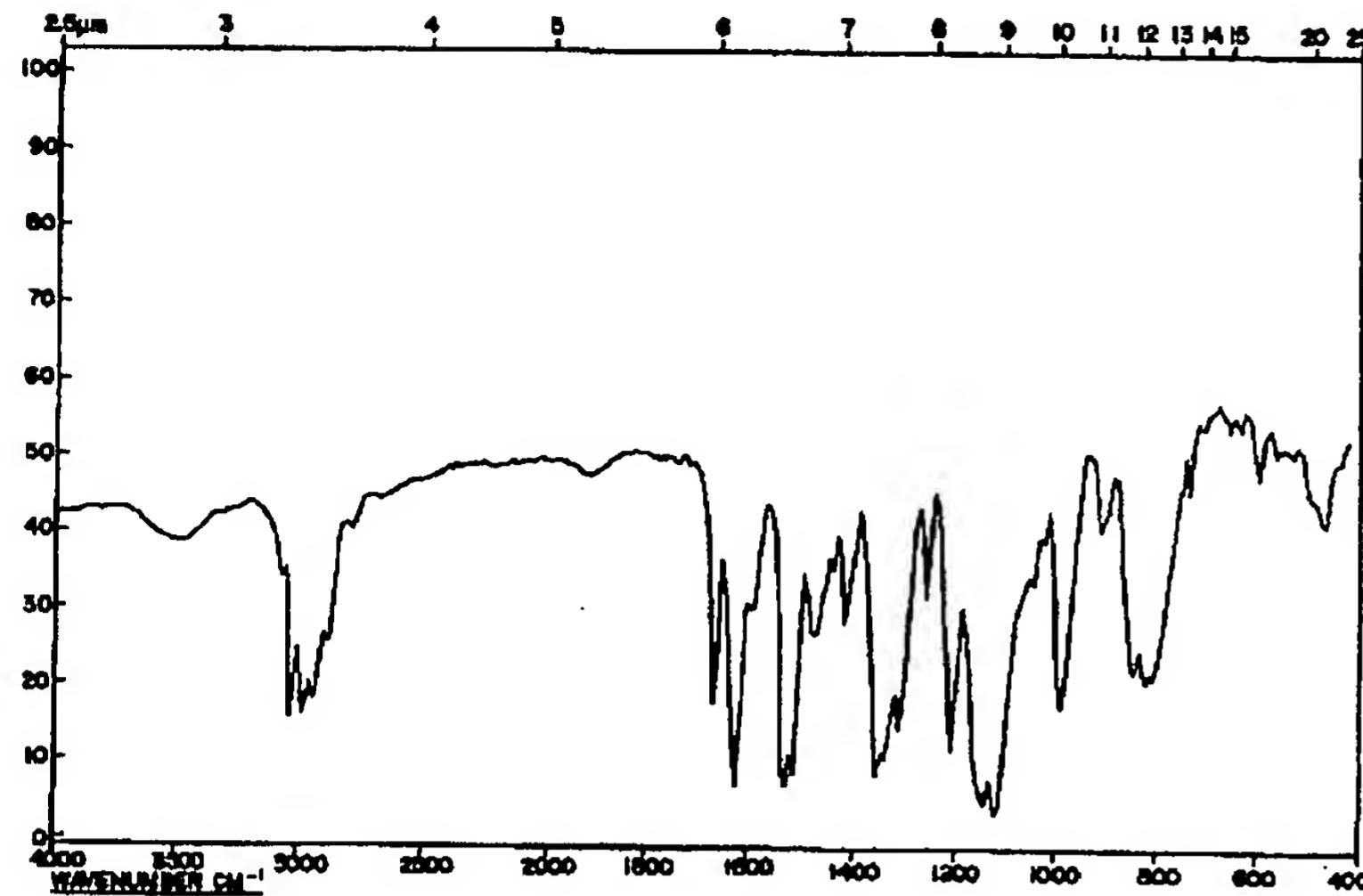
[Drawing 4]



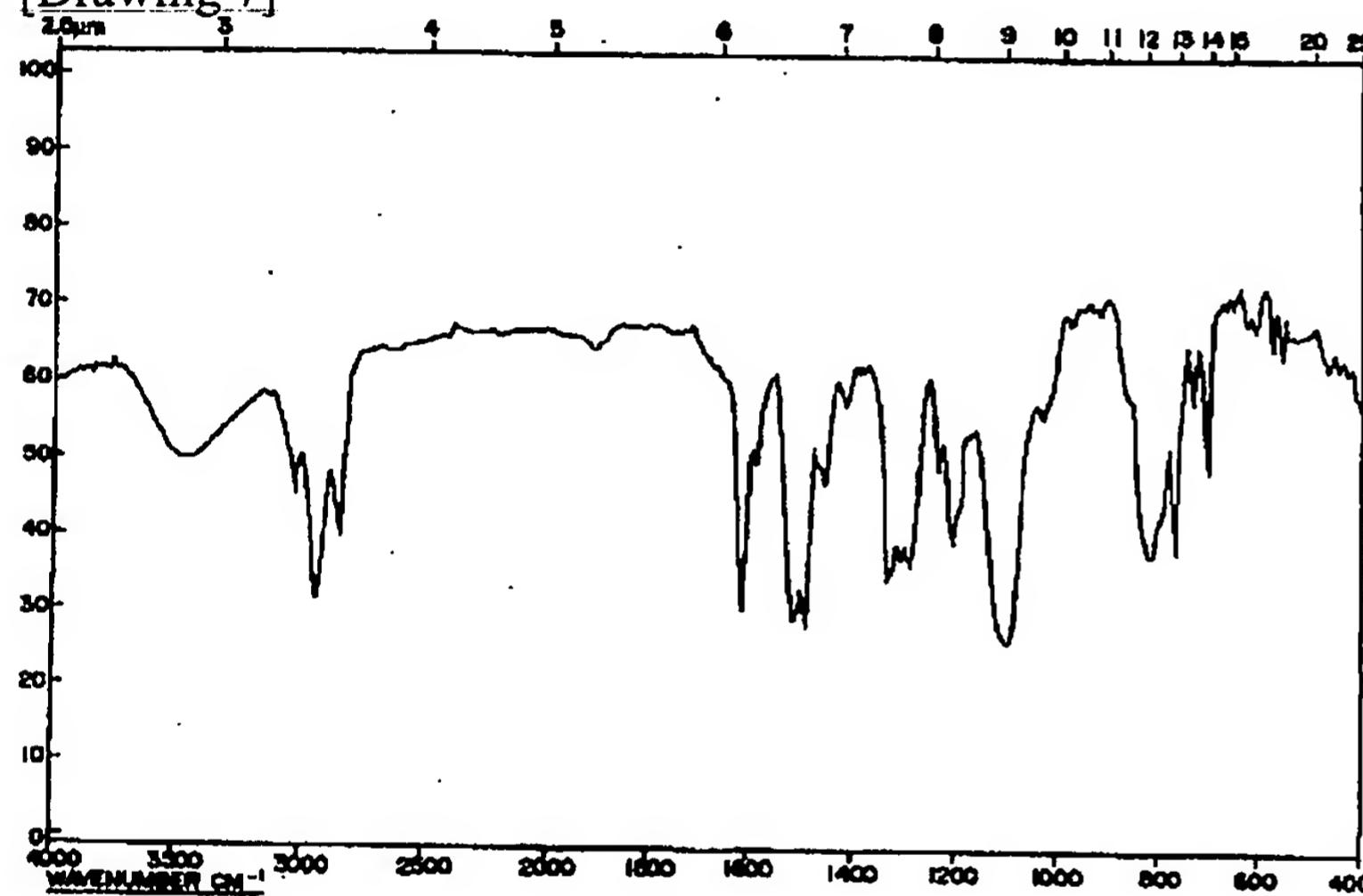
[Drawing 5]



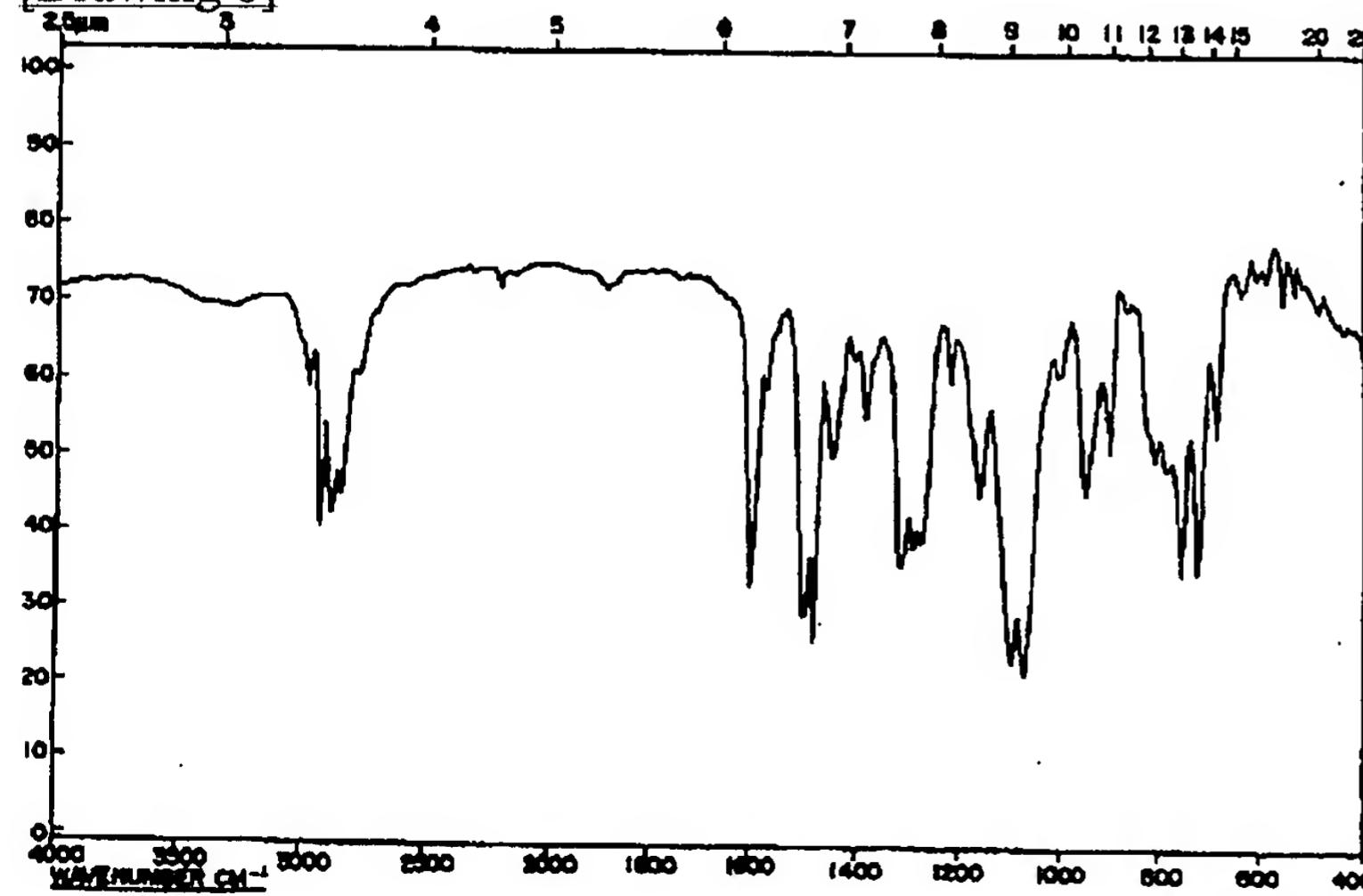
[Drawing 6]



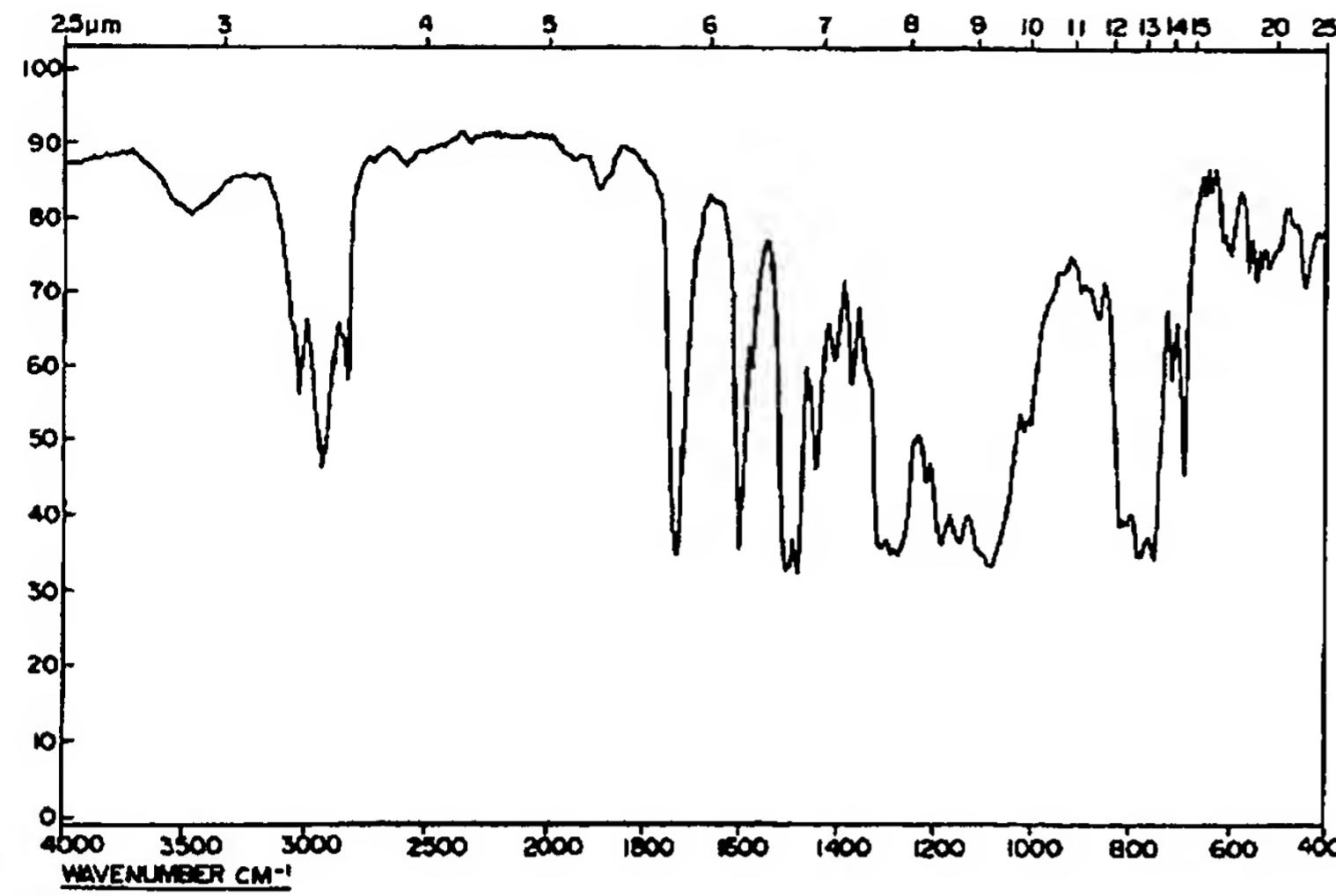
[Drawing 7]



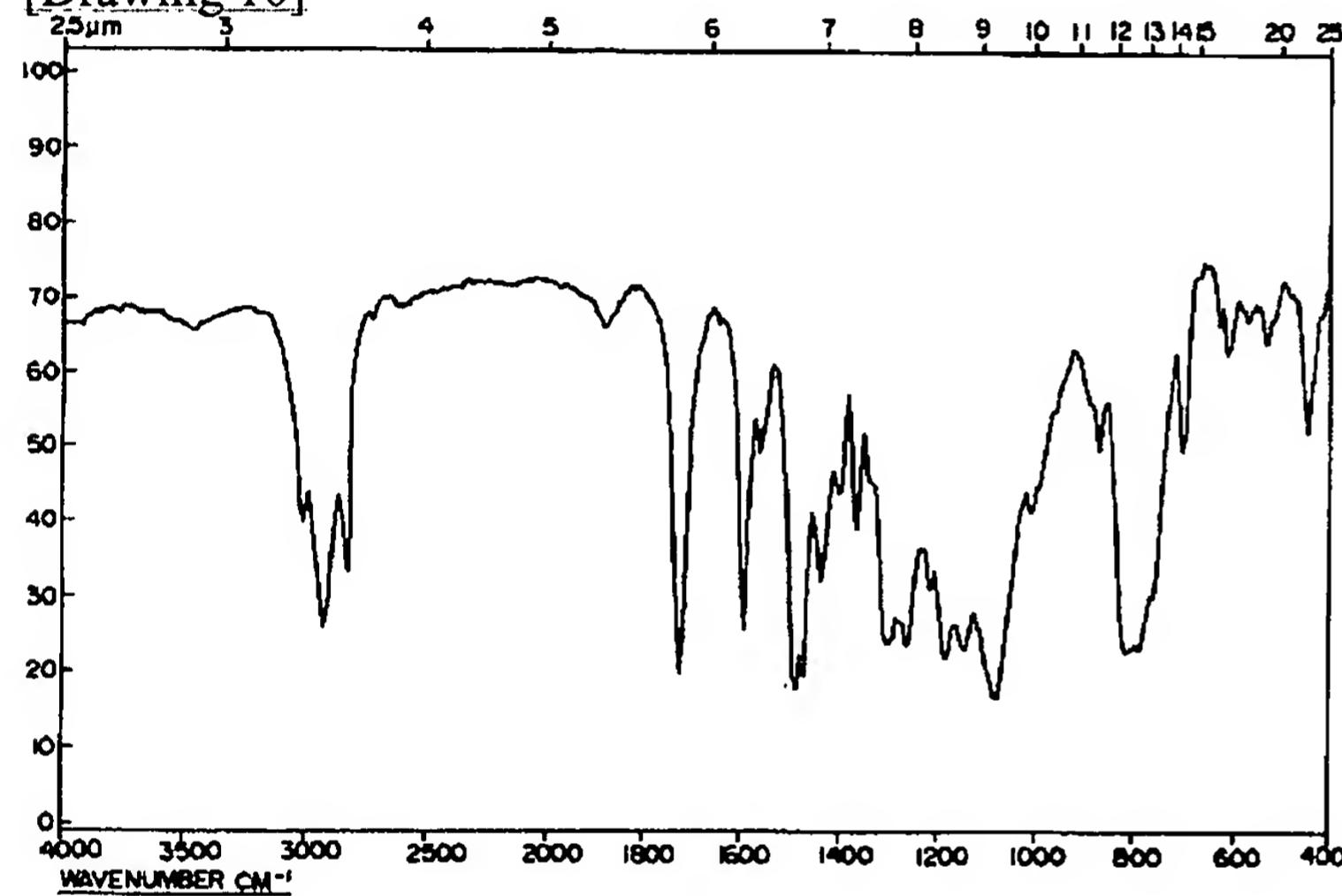
[Drawing 8]



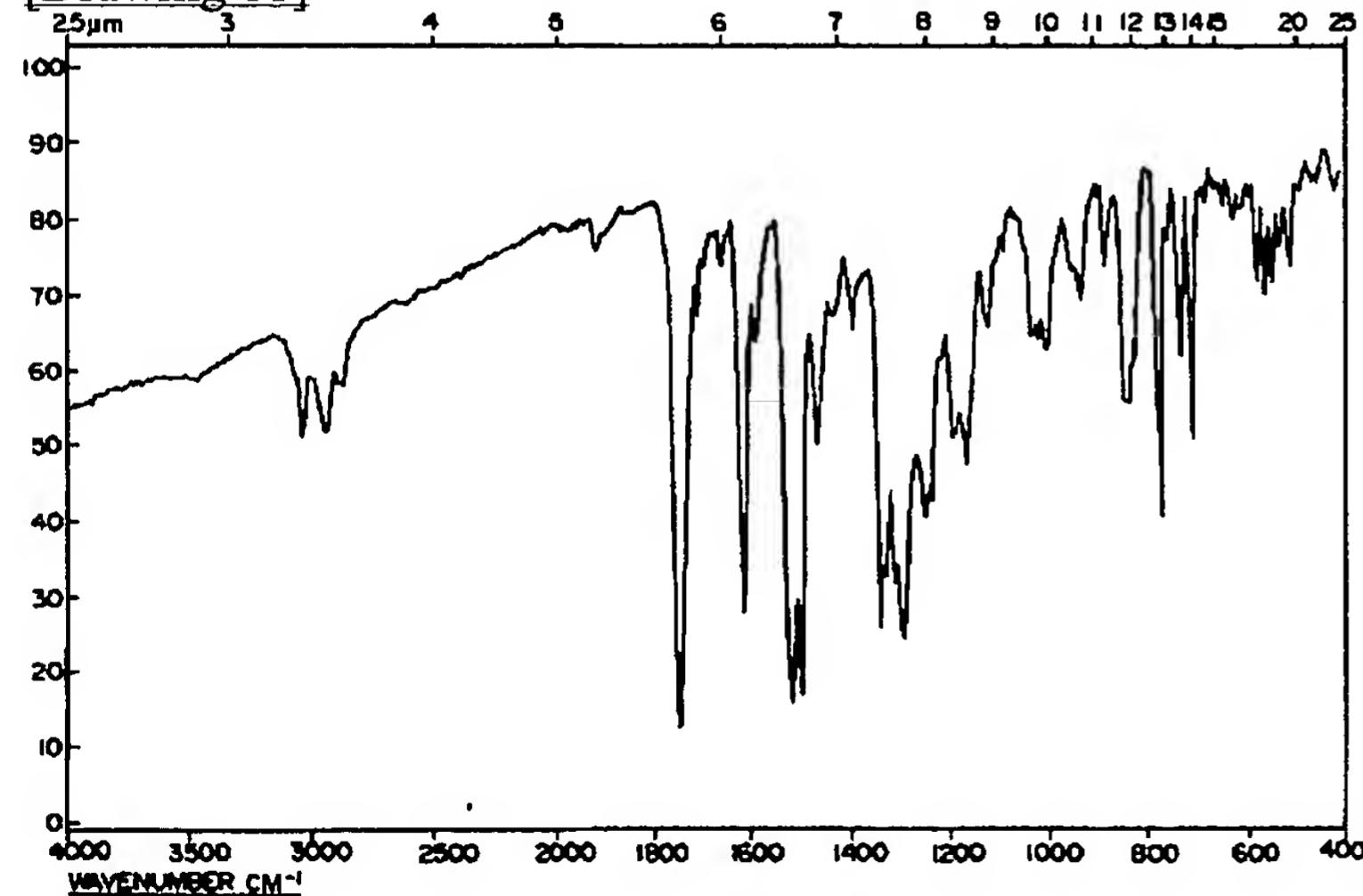
[Drawing 9]



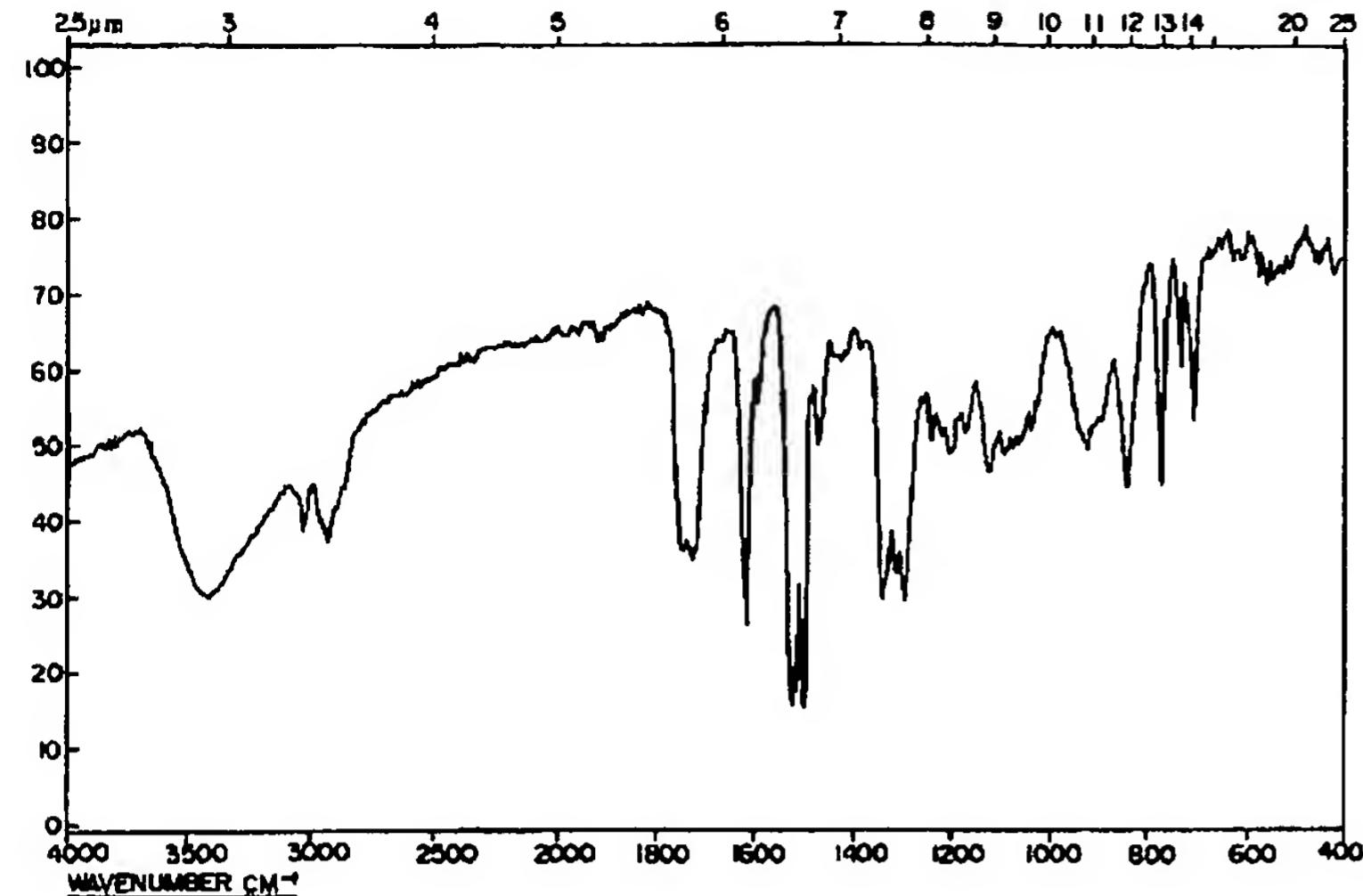
[Drawing 10]



[Drawing 11]



[Drawing 12]



---

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-38656

(43)公開日 平成11年(1999)2月12日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

G 03 G 5/06

識別記号

3 1 2

F I

G 03 G 5/06

3 7 0

3 1 2

5/05

1 0 1

5/05

1 0 4

3 7 0

1 0 1

1 0 4 B

審査請求 未請求 請求項の数13 O.L (全 41 頁)

(21)出願番号 特願平9-190236

(22)出願日 平成9年(1997)7月15日

(31)優先権主張番号 特願平8-187932

(32)優先日 平8(1996)7月17日

(33)優先権主張国 日本 (JP)

(31)優先権主張番号 特願平9-129039

(32)優先日 平9(1997)5月19日

(33)優先権主張国 日本 (JP)

(71)出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

(72)発明者 山田 渉

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ  
ックス株式会社内

(72)発明者 須田 克己

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ  
ックス株式会社内

(72)発明者 岩崎 真宏

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ  
ックス株式会社内

(74)代理人 弁理士 中島 淳 (外4名)

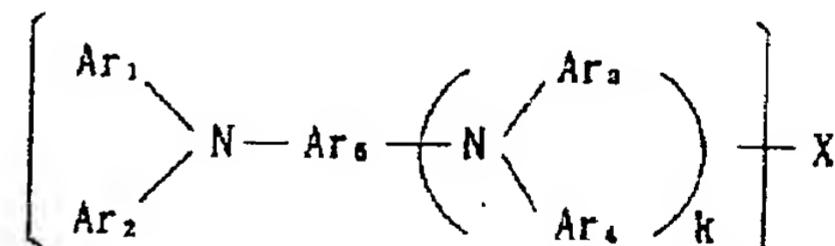
(54)【発明の名称】電子写真感光体

(57)【要約】 (修正有)

一般式(I)

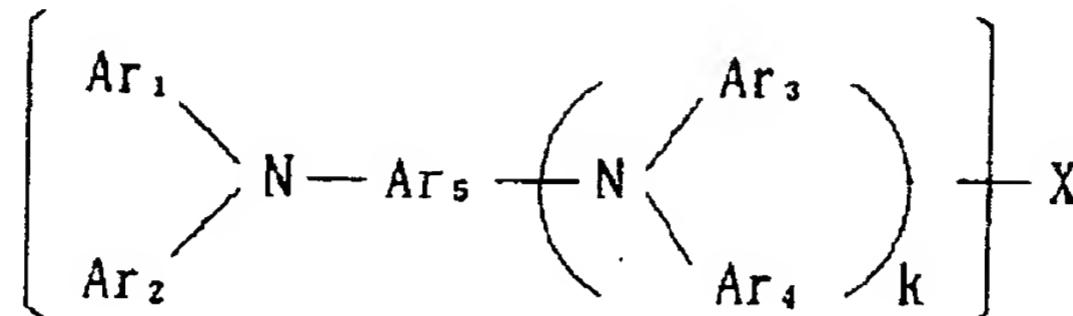
【課題】 溶解性、成膜性、相溶性に優れた化合物を用い、強固な膜を形成させ、機械的強度の向上した、高感度で環境安定性に優れた電子写真感光体を提供する。

【解決手段】 複数の層で形成された電子写真感光体において、その1層が下記一般式(I)で表される化合物を1種以上含有する。この層は、さらにフッ素含有化合物の1種以上を含有してもよい。下記式中、Ar<sub>1</sub>～Ar<sub>4</sub>はそれぞれ独立にアリール基を示し、Ar<sub>5</sub>はアリール基又はアリーレン基を示す。Xは-Y-SiR<sub>1</sub>(<sub>3-a</sub>)(OR<sub>2</sub>)<sub>a</sub>で示される置換基を示し、ここで、R<sub>1</sub>は水素、アルキル基、アリール基を示し、R<sub>2</sub>は水素、アルキル基、トリアルキルシリル基を示し、aは1～3の整数を示し、Yは2価の基を示す。但し、Yはヘテロ原子に直接結合した水素原子を有する2価の基、例えば、-CONH-、-NH-等を含まない。kは0又は1を示す。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】複数の層で形成された電子写真感光体において、前記複数の層の少なくとも1層が下記一般式\*  
一般式(I)



式中、 $Ar_1 \sim Ar_4$  はそれぞれ独立に置換又は未置換のアリール基を示し、 $Ar_5$  は置換若しくは未置換のアリール基又はアリーレン基を示す。Xは、 $-Y-SiR_{1(a)}(OR_2)_a$  で示される置換基を示し、ここで、 $R_1$  は水素、アルキル基、置換又は未置換のアリール基を示し、 $R_2$  は水素、アルキル基、トリアルキルシリル基を示し、 $a$  は1～3の整数を示し、Yは2価の基を示す。但し、Yはヘテロ原子に直接結合した水素原子を有する2価の基を含まない。kは0又は1を示す。Xはkが0のとき、 $Ar_1 \sim Ar_5$  のいずれか1～3個に結合し、kが1のとき、 $Ar_1 \sim Ar_5$  のいずれか1～4個に結合する。

【請求項2】前記一般式(I)で表される化合物を少なくとも1種以上含有する層が、さらに、フッ素含有化合物の少なくとも1種以上含有することを特徴とする請求項1に記載の電子写真感光体。

【請求項3】前記一般式(I)において、Yが、 $-(CH_2)_x-$ 、 $-(C_{x'}H_{2x'-2})-$ 、 $-(C_{x''}H_{2x''-4})-$ 、置換又は未置換のアリーレン基、 $-CH=N-$ 、 $-O-$ 及び $-COO-$ を少なくとも1種以上含有することを特徴とする請求項1又は2に記載の電子写真感光体。但し、xは1～15の整数、 $x'$ 及び $x''$ はそれぞれ2から15の整数である。

【請求項4】前記フッ素含有化合物がフッ素含有シランカップリング剤であることを特徴とする請求項2又は3に記載の電子写真感光体。

【請求項5】前記一般式(I)で表される化合物を少なくとも1種以上含有する層が、さらに、前記一般式(I)で表される化合物と相溶可能な材料を少なくとも1種以上含有することを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載の電子写真感光体。

【請求項6】前記一般式(I)で表される化合物と相溶可能な材料が絶縁性のポリマーであることを特徴とする請求項5に記載の電子写真感光体。

【請求項7】前記一般式(I)で表される化合物を少なくとも1種以上含有する層を構成する全ての材料が、互いに相溶可能な材料であることを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載の電子写真感光体。

【請求項8】前記一般式(I)で表される化合物を少

\* (I) で表される化合物を少なくとも1種以上含有することを特徴とする電子写真感光体。

## 【化1】

なくとも1種以上含有する層を構成する全ての材料が、 $-O-Si-O-$ 結合を形成し得る材料であることを特徴とする請求項7に記載の電子写真感光体。

【請求項9】前記一般式(I)で表される化合物を硬化させたことを特徴とする請求項1乃至8のいずれか1項に記載の電子写真感光体。

【請求項10】前記一般式(I)で表される化合物を硬化させる手段として硬化触媒を用いることを特徴とする請求項9に記載の電子写真感光体。

【請求項11】前記硬化触媒が酸性化合物であることを特徴とする請求項10に記載の電子写真感光体。

【請求項12】前記一般式(I)で表される化合物を含有する層が最表面に形成されたことを特徴とする請求項1乃至11のいずれか1項に記載の電子写真感光体。

【請求項13】電荷発生材料としてハロゲン化ガリウムフタロシアニン結晶、ハロゲン化スズフタロシアニン結晶、ヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶及びオキシチタニルフタロシアニン結晶を少なくとも1種以上含有する層をさらに備えたことを特徴とする請求項1乃至12のいずれか1項に記載の電子写真感光体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、新規な化合物を用いた電子写真感光体に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】電子写真感光体の電荷輸送層を形成する材料としては、ポリビニルカルバゾール(PVK)等のように、電荷輸送成分を主鎖に含む電荷輸送性ポリマーと、トリアリールアミン等のような電荷輸送性の低分子化合物をバインダーポリマー中に分散させた低分子分散系のものがよく知られている。このうち、低分子分散系のものが、材料の多様性があり、高機能のものが得られやすいことから、電子写真感光体では主流になっている。

【0003】電子写真感光体に関しては、近年、有機感光体の高性能化に伴い、これが高速の複写機やプリンターにも使用されるようになってきたが、有機感光体を高速の複写機やプリンターに用いる場合、必ずしも現在の性能では十分でなく、特にさらなる長寿命化が切望され

ている。この有機感光体の寿命を決定する重要な因子の一つが表面層の磨耗である。現在の有機感光体では、電荷発生層の上に電荷輸送層を積層したいわゆる積層型のものが主流となっており、電荷輸送層が表面層となる場合が多い。そして、現在の主流である低分子分散系電荷輸送層では、電気的な特性に関しては十分に満足できる性能のものが得られつつあるが、低分子化合物がバインダーポリマー中に分散されるため、バインダーポリマー本来の機械的な性能が低下してしまい、磨耗に関しては本質的に弱いという欠点があった。

【0004】上記の欠点を改善するため、今までに多くの方法が試みられており、その一つとして、電荷輸送材料のポリマー化についての研究が盛んにされている。例えば、米国特許第4,806,443号明細書には、特定のジヒドロキシアリールアミンとビスクロロホルメートとの重合によるポリカーボネートが開示されており、米国特許第4,806,444号明細書には特定のジヒドロキシアリールアミンとホスゲンとの重合によるポリカーボネートが開示されている。また、米国特許第4,801,517号明細書にはビスヒドロキシアルキルアリールアミンとビスクロロホルメート又はホスゲンとの重合によるポリカーボネートが開示されており、米国特許第4,937,165号明細書及び米国特許第4,959,288号明細書には、特定のジヒドロキシアリールアミン若しくはビスヒドロキシアルキルアリールアミンとビスクロロホルメートとの重合によるポリカーボネート、又は、特定のジヒドロキシアリールアミン若しくはビスヒドロキシアルキルアリールアミンとビスアシルハライドとの重合によるポリエステルが開示されている。さらに、米国特許第5,034,296号明細書には、特定のフルオレン骨格を有するアリールアミンのポリカーボネート又はポリエステルが開示され、また、米国特許第4,983,482号明細書には、ポリウレタンが開示されている。さらにまた、特公昭59-28903号公報には、特定のビススチリルビスアリールアミンを主鎖としたポリエステルが開示されている。また、特開昭61-20953号公報、特開平1-134456号公報、特開平1-134457号公報、特開平1-134462号公報、特開平4-133065号公報及び特開平4-133066号公報等には、ヒドラゾンや、トリアリールアミン等の電荷輸送性の置換基をペンドントとしたポリマー及びそれを用いた電子写真感光体も提案されている。しかし、上記の高分子電荷輸送材料は感度、残留電位等の点で十分でなく、電子写真感光体としての耐久性も十分でない。

【0005】また、低分子電荷輸送材をバインダーポリマー又はポリマー前駆体中に分散し、その後バインダーポリマー又はポリマー前駆体を反応硬化させる方法が提案されている。例えば、特開昭56-48637号公報及び特公昭56-42863号公報にはアクリル系ポリ

マーを用いる例が、特公平5-47104号公報、特公昭60-22347号公報及び特公平7-120051号公報にはシリコン系ポリマー又はポリマー前駆体を用いる例がそれぞれ示されている。しかし、電子写真感光体としての十分な特性を得るために、低分子電荷輸送材料の濃度を30~50%と高くする必要があるため、バインダーの硬化反応が十分に進まず、バインダーポリマー間から低分子電荷輸送材が抜け出し、磨耗してしまいうため、問題の解決には至っていない。

10 【0006】また、電子写真感光体表面の潤滑性を高めるために、特開昭57-5050号公報、特開昭61-219049号公報及び特開昭62-205357号公報には、シリコーン含有ポリマーを添加する例が、特開昭50-23231号公報、特開昭61-116362号公報、特開昭61-204633号公報及び特開昭61-270768号公報には、フッソ含有ポリマーを添加する例が、特開昭63-65449号公報には、シリコーンポリマー微粒子を添加する例が、特開平2-144550号公報にはフッソポリマー微粒子を添加する例がそれ提案されているが、いずれも電荷輸送材料又はバインダーポリマーとの相溶性が悪く、感光層中で層分離を起こし、不透明な膜になり電気特性を悪化させてしまう。

20 【0007】また、感光層に強固な樹脂の微粒子を添加するような方法が提案されている。例えば、特開昭60-177349号公報には、メラミン樹脂微粒子を添加する例が示されているが、この方法も電荷輸送材又はバインダーポリマーとの相溶性が悪く、感光層中で層分離を起こし、不透明な膜になり電気特性を悪化させてしまう。

30 【0008】また、電子写真感光体表面を保護するために、特開昭56-38055号公報及び特開昭60-55355号公報にはイミド系のポリマーを、特開昭59-185347号公報及び特開昭61-217052号公報にはメラミン系のポリマーを、特開昭59-46652号公報にはアクリル、メラミン系のポリマーを、「Proceedings of IS&T's Eleventh International Congress on Advances in Non-Impact Printing Technologies」の57~59頁及び特開平8-15886号公報にはゾルゲル法によるシロキサン系のポリマーを、さらに、特開平7-333881号公報にはプラズマCVDによる無機質薄膜を表面保護層に用いた方法が提案されている。しかし、上記の表面保護層の多くは、残留電位を上昇させる等の欠点がある。「Proceedings of IS&T's Eleventh International Congress on Advances in Non-Impact Printing Technologies」の57~59頁に記

載のゾルゲル法を用いた方法は、残留電位、強度等で有利であることが示されているが、使用した化合物の具体的な構造については全く示されていない。

【0009】更に、同様なゾルゲル法を用いる方法として、上記のゾルゲル法の材料の一つに電荷輸送能を持たせる方法が特開平3-191358号公報に提案されている。ここで開示されている化合物はウレタン結合を用いるもののみであり、この化合物を用いると確かに電荷輸送層としての強度は増すが、水素結合を形成しやすく、大気中の水分を吸着しやすいヘテロ原子に直接結合した水素原子有するため、放電生成物や湿気の影響を受けやすく、多数回の繰り返し使用や高温高湿下での使用において画像流れを起こしやすく長期に渡って安定な画像を得ることは難しい。また、近年になりトリフェニルアミン骨格に炭素-炭素の重合性2重結合を持つ電荷移動性単量体を単独、若しくはバンダーポリマーに添加して、光又は熱によって重合させることにより強固な膜を形成させる方法が特開平7-72640号公報に提案されているが、重合部位が一つしかないため、架橋密度が上がらず、電子写真感光体としての十分な耐久性は得られない。

【0010】

10 \* 【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、溶解性、成膜性、相溶性に優れた化合物を用い、強固な膜を形成させ、機械的強度の向上した、高感度で環境安定性に優れた電子写真感光体を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の課題に対し鋭意検討した結果、複数の層で形成された電子写真感光体において、前記複数の層の少なくとも1層が特定のシラン化合物を含有することにより、溶解性、成

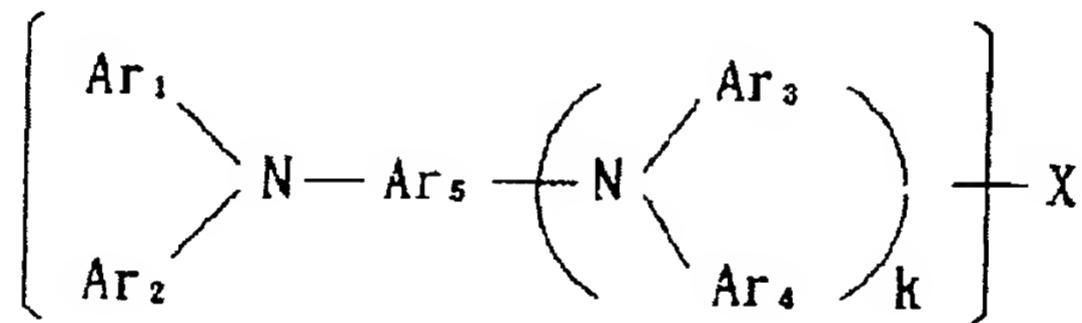
10 膜性に優れた電子写真感光体を提供することが可能であることを見いだし、特にヘテロ原子に直接結合した水素原子を持たないシラン化合物を用いた場合に大気中の水分を吸着しにくいため、放電生成物や湿度の影響を受けにくく環境安定性の優れた電子写真感光体を提供することが可能であることを見いだし、本発明を完成するに至った。

【0012】即ち、本発明は、複数の層で形成された電子写真感光体において、前記複数の層の少なくとも1層が下記一般式(I)で表される化合物を少なくとも1種以上含有することを特徴とする。

【0013】

【化2】

### 一般式(I)



【0014】式中、 $Ar_1 \sim Ar_4$  はそれぞれ独立に置換又は未置換のアリール基を示し、 $Ar_5$  は置換若しくは未置換のアリール基又はアリーレン基を示す。Xは、 $-Y-SiR_{1(3-a)}(OR_2)_a$  で示される置換基を示し、 $R_1$  は水素、アルキル基、置換又は未置換のアリール基を示し、 $R_2$  は水素、アルキル基、トリアルキルシリル基を示し、aは1～3の整数を示し、Yは2価の基を示す。但し、Yはヘテロ原子に直接結合した水素原子を有する2価の基を含まない。kは0又は1を示す。ここでXはkが0のとき、 $Ar_1$ 、 $Ar_2$ 、 $Ar_5$  のいずれか1～2個に結合し、kが1のとき、 $Ar_1 \sim Ar_5$  のいずれか1～4個に結合する。

【0015】また、本発明の電子写真感光体の別の態様

は、前記一般式(I)で表される化合物を少なくとも1種以上含有する層に、さらに、フッ素含有シランカップリング剤等のフッ素含有化合物を含有することを特徴とする。

【0016】

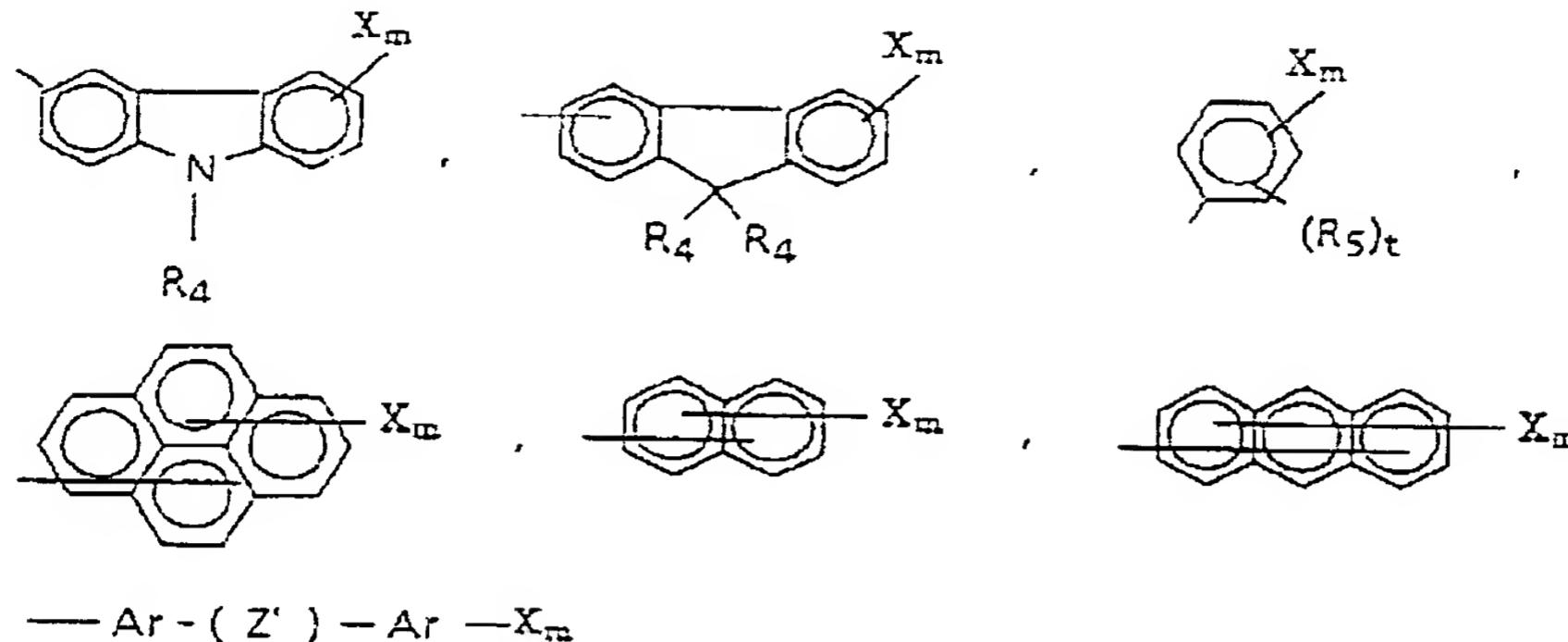
【発明の実施の形態】以下、本発明を詳しく説明する。

【0017】本発明のシラン化合物は前記一般式(I)で表される。式中、 $Ar_1 \sim Ar_4$  はそれぞれ独立に置換又は未置換のアリール基を示し、具体的には、以下の40ものが挙げられる。

【0018】

【化3】

7



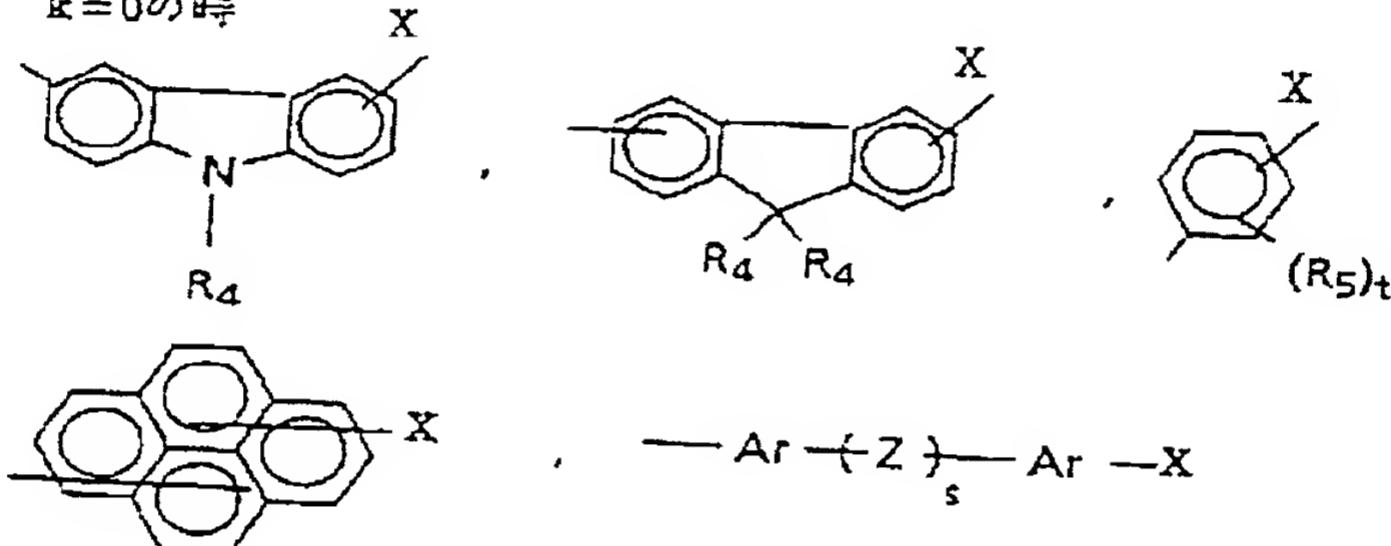
【0019】また、一般式(I)中、kは0又は1を示し、Ar<sub>5</sub>は置換若しくは未置換のアリール基又はアリーレン基を示し、具体的には、以下のものが挙げられ

\*る。

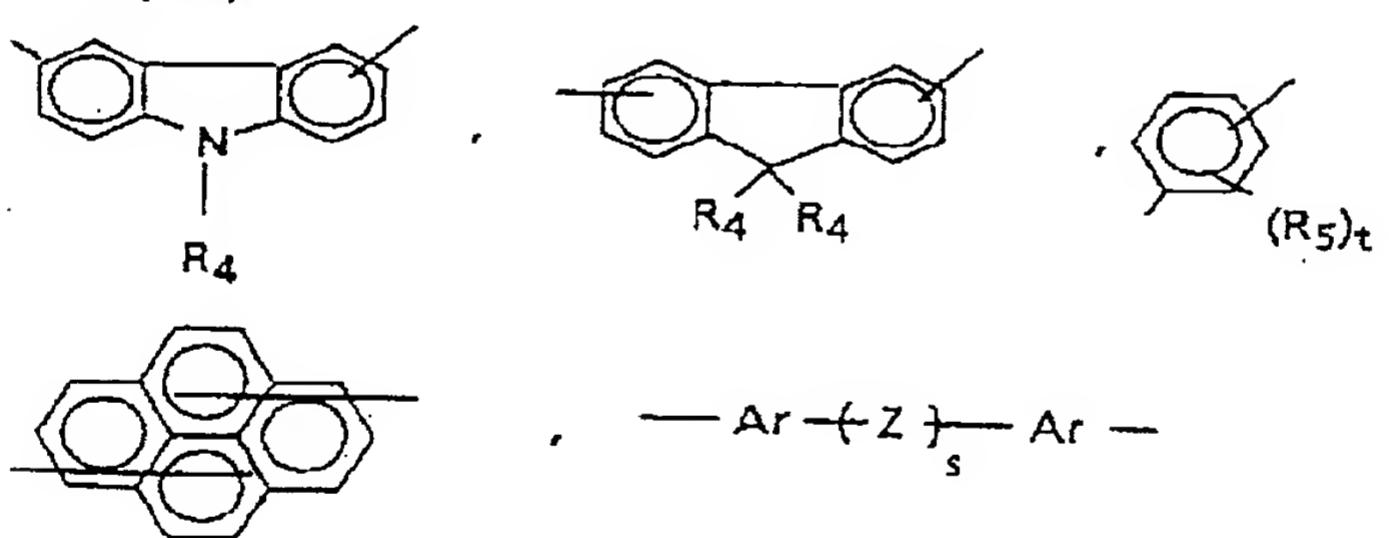
【0020】

【化4】

k=0の時



k=1の時



【0021】ここで、Xは-Y-SiR<sub>1</sub>(<sub>3-a</sub>)<sub>a</sub> (O R<sub>2</sub>)<sub>a</sub>を示す。R<sub>1</sub>は水素、炭素数1～10のアルキル基、炭素数1～4のアルキル基若しくは炭素数1～4のアルコキシ基で置換された置換又は未置換のアリール基を示し、R<sub>2</sub>は水素、炭素数1～4のアルキル基、炭素数1～4のアルキル基で置換されたトリアルキルシリル基を示す。Yは2価の基を示し、好ましくは、-(CH<sub>2</sub>)<sub>x</sub>-、-(C<sub>x'</sub>H<sub>2x''-2</sub>)-、-(C<sub>x''</sub>H<sub>2x'''-4</sub>)-、置換又は未置換のアリーレン基、-CH=N-、-O-及び-COO-を少なくとも1種以上含有する2価の基を表す。但し、Yはヘテロ原子に直接結合した水素原子を有する2価の基、例えば、-CONH-、-NH-等を含まない。また、xは1～15の整数、x'及びx''はそれぞれ2から15の整数である。

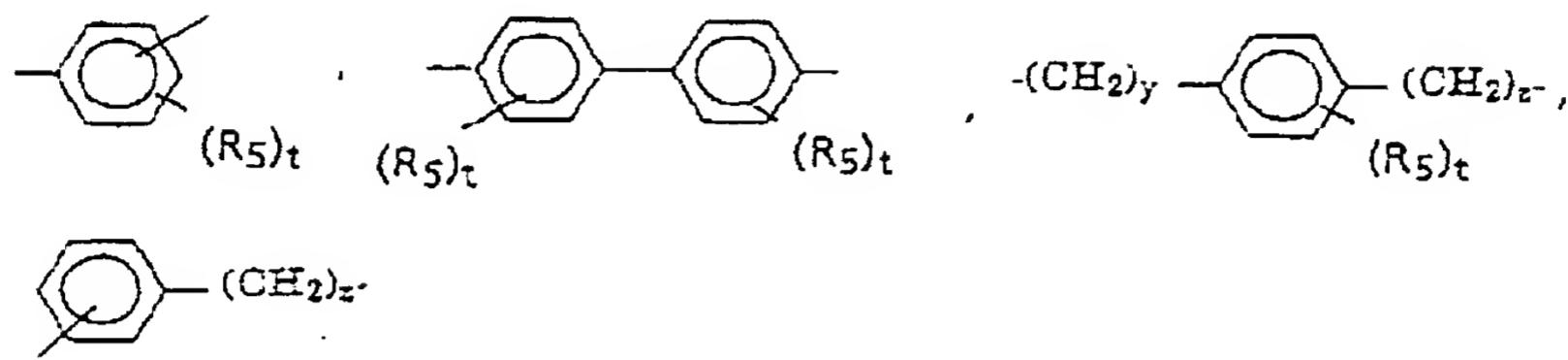
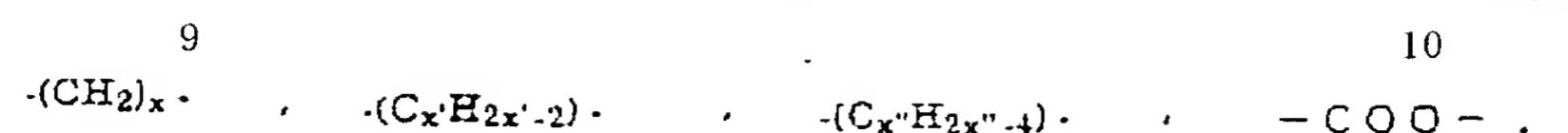
40

であり、ここでY'は-(CH<sub>2</sub>)<sub>x</sub>-、-(C<sub>x'</sub>H<sub>2x''-2</sub>)-、-(C<sub>x''</sub>H<sub>2x'''-4</sub>)-、置換又は未置換のアリーレン基、-CH=N-、-O-及び-COO-を少なくとも1種以上含有する2価の基を表す。但し、Yはヘテロ原子に直接結合した水素原子を有する2価の基、例えば、-CONH-、-NH-等を含まない。また、xは1～15の整数、x'及びx''はそれぞれ2から15の整数である。

【0022】Yとして具体的には、以下のものが挙げられる。

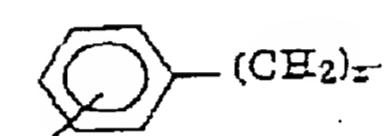
【0023】

【化5】



【0024】この中では、特に以下のものが好ましい。 \*【化6】

【0025】 \*  
 $-(CH_2)_x-$  ,  $-(C_x'H_{2x'-2})-$  ,  $-(C_{x''}H_{2x''-4})-$  ,  $-COO-$  .

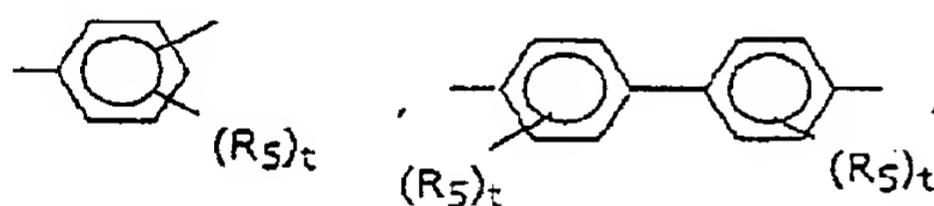


【0026】上記のAr<sub>1</sub>～Ar<sub>5</sub>のうち1～4個は、X、即ち、 $-Y-SiR_{1(3-a)}(OR_2)_a$ で示される置換基を有していることが必要であり、ここでkが0のとき、XはAr<sub>1</sub>、Ar<sub>2</sub>、Ar<sub>5</sub>のいずれか1～3個に結合し、kが1のときは、Ar<sub>1</sub>～Ar<sub>5</sub>のいずれか1～4個に結合する。

【0027】また、Arは以下の基から選択される。

【0028】

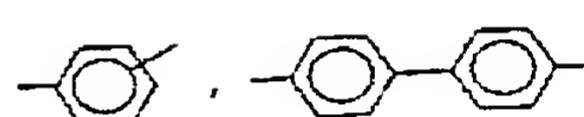
【化7】



【0029】さらに、Z'は以下のものから選択される。

20 【0030】

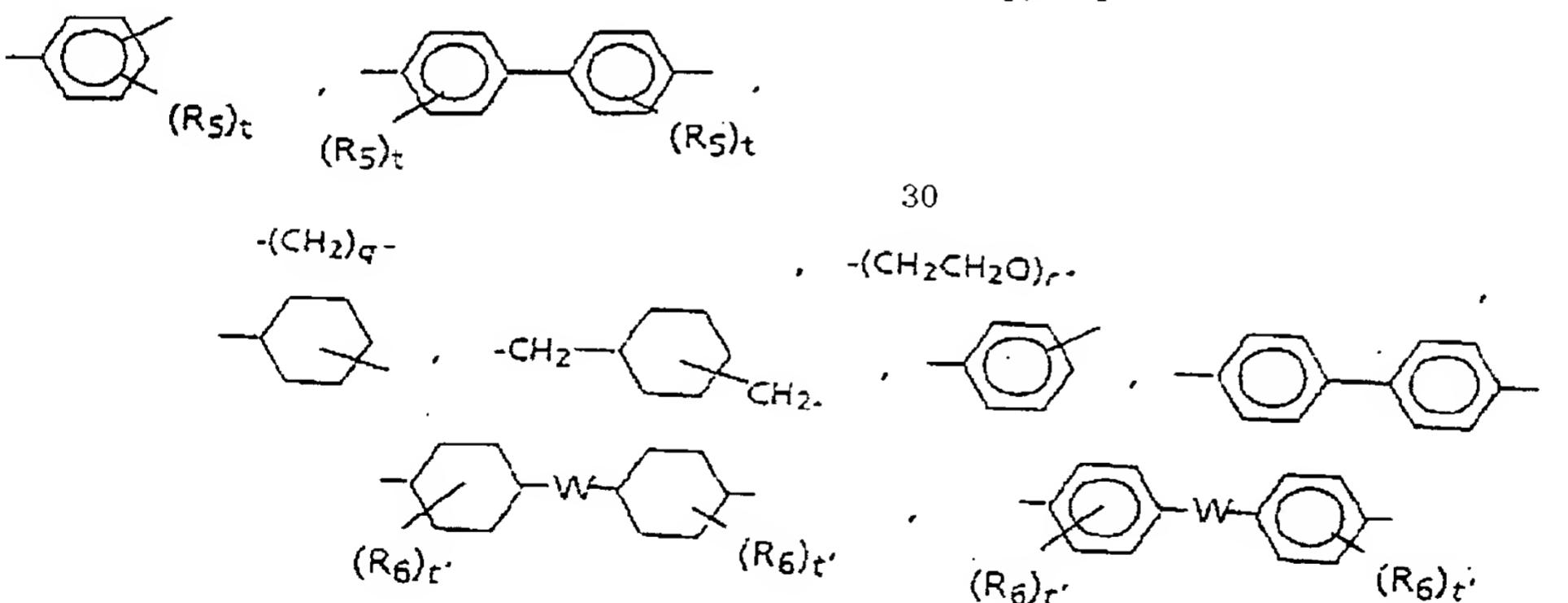
\*【化8】



【0031】また、Zは以下のものから選択される。

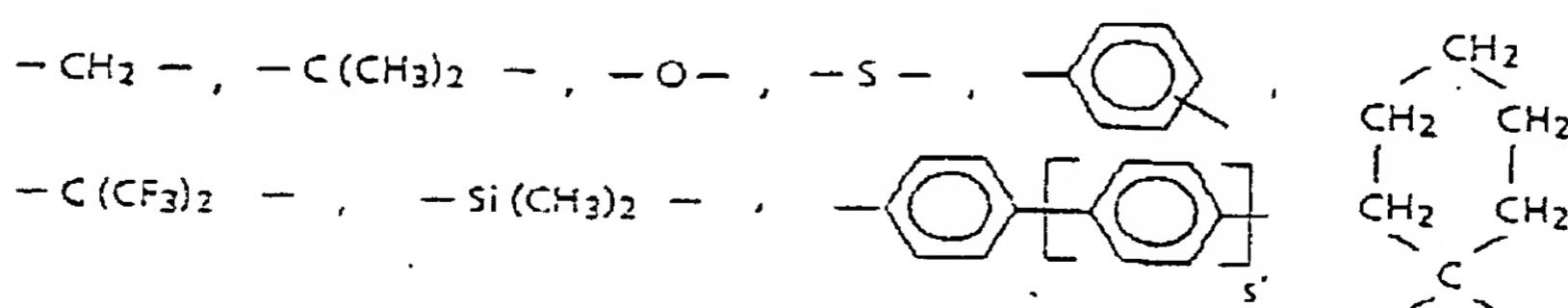
【0032】

\*【化9】



【0033】さらに、Wは以下の基から選択される。 \*【化10】

【0034】 \*40

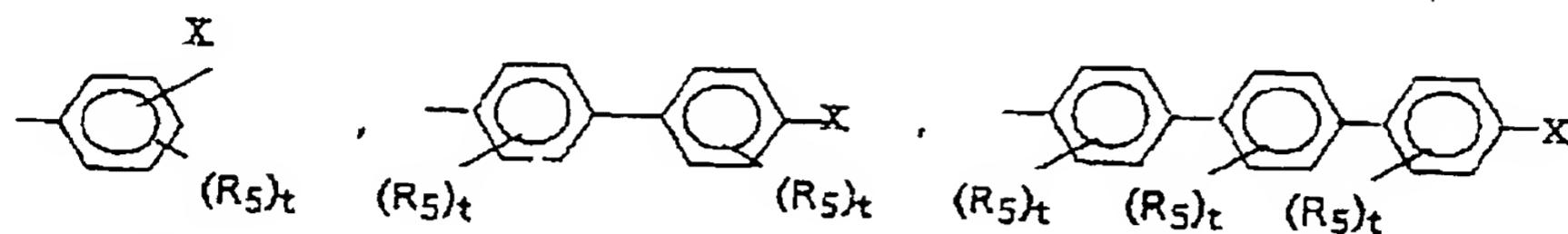


【0035】また、R<sub>4</sub>は水素、炭素数1～4のアルキル基、炭素数1～4のアルキル基若しくは炭素数1～4のアルコキシ基で置換された置換又は未置換のフェニル基、炭素数7～10のアラルキル基から選択される。さ

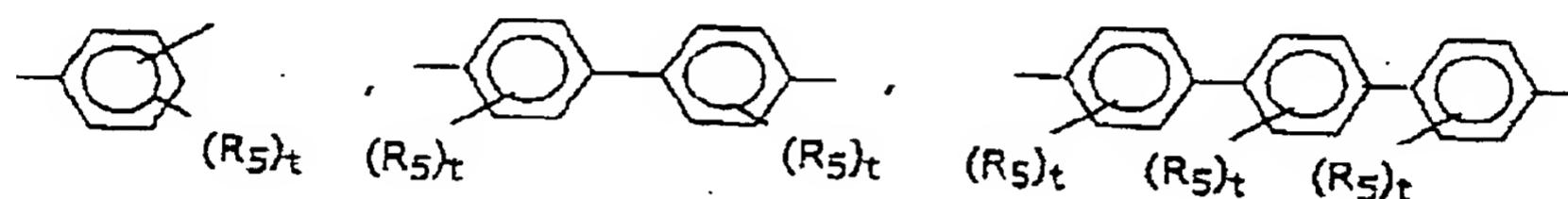
らに、R<sub>5</sub>は水素、炭素数1～4のアルキル基、炭素数1～4のアルコキシ基、ハロゲン原子から選択される。また、R<sub>6</sub>は水素、炭素数1～4のアルキル基から選択される。m及びsはそれぞれ0又は1を示し、t及びa

はそれぞれ1～3の整数を示し、y及びzはそれぞれ1～5の整数を示す。また、xは1～15の整数を示し、x'及びx''はそれぞれ2～15の整数を示す。さらに、s'は0～3の整数を示し、t'は1又は2の整数を示し、q及びrはそれぞれ1～10の整数を示す。

【0036】また、Ar<sub>1</sub>～Ar<sub>5</sub>のうち少なくとも1\*  
k=0の時



k=1の時

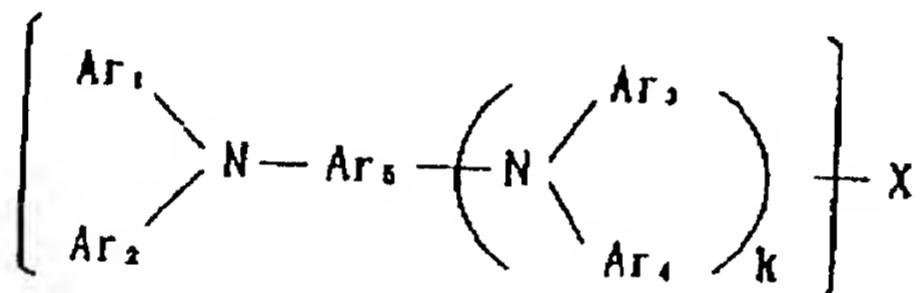


【0039】一般式(I)のシラン化合物の具体例を表  
1～13に示す。下記表において、Xの付加位置はそれ  
ぞれのAr<sub>1</sub>～Ar<sub>5</sub>の欄に示し、そこに付加するXの※20

※具体例をXの欄に示してある。

【0040】

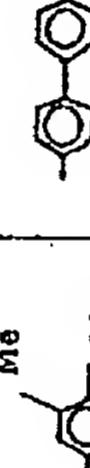
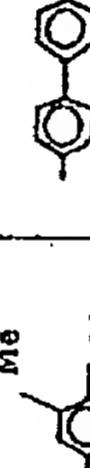
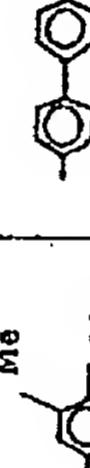
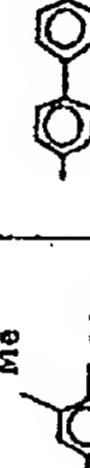
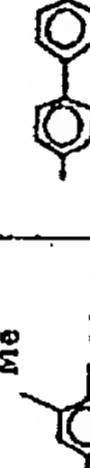
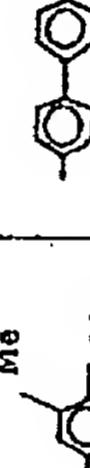
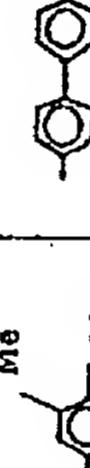
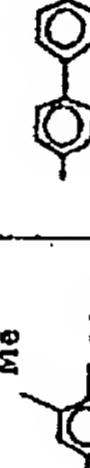
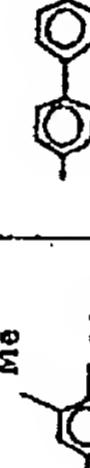
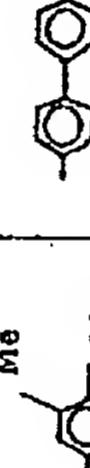
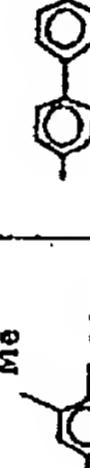
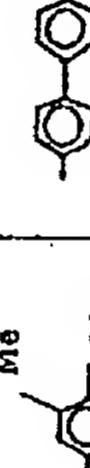
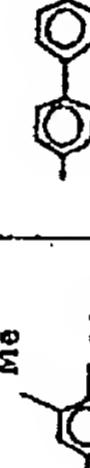
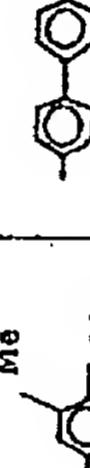
【表1】



化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
1	0			—	—		-CH=CH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
2	0			—	—		-CH=CH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OEt) <sub>3</sub>
3	0			—	—		-CH=CH-CH <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>2</sub> Me
4	0			—	—		-CH=N-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
5	0			—	—		-CH=N-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OEt) <sub>3</sub>

【0041】

【表2】

化合物	<i>k</i>	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
6	0			—	—		$-(CH_2)_3-Si(OMe)_3$
7	0			—	—		$-O-(CH_2)_3-Si(OEt)_3$
8	1						$CH=CH-(CH_2)_3-Si(OMe)_3$
9	1						$CH=N-(CH_2)_3-Si(OMe)_3$

【0042】

【表3】

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
10	0			—	—		$\cdot\text{CH}=\text{CH}\cdot(\text{CH}_2)_2\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
11	0			—	—		$\cdot\text{CH}=\text{N}\cdot(\text{CH}_2)_2\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
12	1						$\cdot\text{CH}=\text{CH}\cdot(\text{CH}_2)_2\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
13	1						$\cdot\text{CH}=\text{CH}\cdot(\text{CH}_2)_2\cdot\text{Si}(\text{OEt})_3$
14	1						$\cdot\text{CH}=\text{CH}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{Si}(\text{OMe})_2\text{Me}$

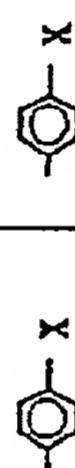
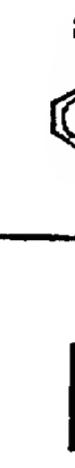
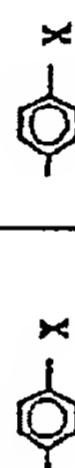
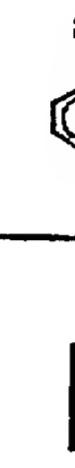
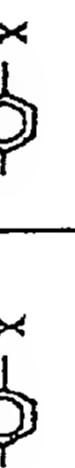
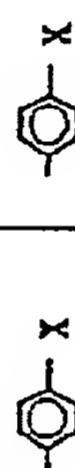
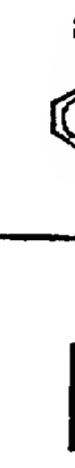
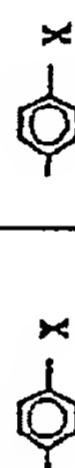
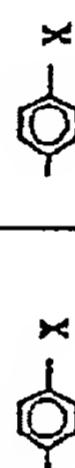
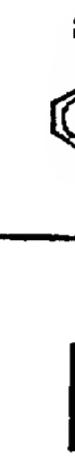
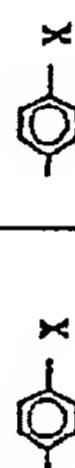
【0043】

【表4】

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
15	1						$\cdot\text{CH}=\text{N}(\text{CH}_2)_3$ $\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
16	1						$\cdot\text{CH}=\text{N}(\text{CH}_2)_3$ $\cdot\text{Si}(\text{OEt})_3$
17	1						$\cdot(\text{CH}_2)_3\cdot\text{Si}(\text{OMe})_3$
18	1						$\cdot\text{O}(\text{CH}_2)_3$ $\cdot\text{Si}(\text{OEt})_3$

【0044】

【表5】

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
19	0			—	—		.CH=CH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> .Si(OMe) <sub>3</sub>
20	0			—	—		.CH=N-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> .Si(OMe) <sub>3</sub>
21	0				—		.-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OEt) <sub>3</sub>
22	0					—	.O-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> .Si(OMe) <sub>2</sub> Me

【0045】

【表6】

化合物	K	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
23	1						 -CH=CH-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
24	1						 -CH=N-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
25	1						 (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OEt) <sub>3</sub>
26	1						 -O-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>2</sub> Me

【0046】

【表7】

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
27	0			—	—		-CH=CH-Si(OEt) <sub>3</sub>
28	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OEt) <sub>3</sub>
29	0			—	—		-CH=CH-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
30	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
31	0			—	—		-CH=CH-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
32	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>

【0047】

\* \* 【表8】

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
33	1						-CH=CH-Si(OEt) <sub>3</sub>
34	1						-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OEt) <sub>3</sub>
35	1						-CH=CH-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
36	1						-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
37	1						-CH=CH-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
38	1						-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>

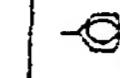
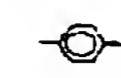
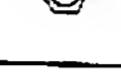
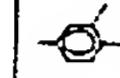
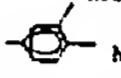
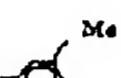
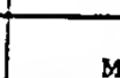
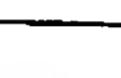
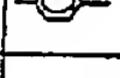
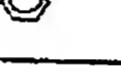
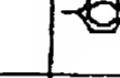
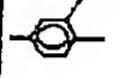
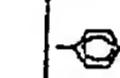
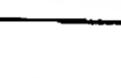
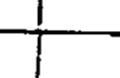
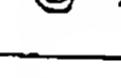
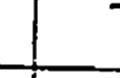
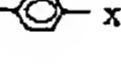
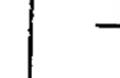
【0048】

【表9】

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
101	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
102	0			—	—		-COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
103	0			—	—		-CH <sub>2</sub> -COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
104	0			—	—		-CH <sub>2</sub> -COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
105	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
106	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
107	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
108	0			—	—		-COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
109	0			—	—		-CH <sub>2</sub> -COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
110	0			—	—		-CH <sub>2</sub> -COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
111	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
112	0			—	—		-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
113	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>

【0049】

【表10】

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
114	0			—	—		-COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> - (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>
115	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO- (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>
116	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO- CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
117	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
118	0			—	—		-COO-CH <sub>2</sub> - C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>
119	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
120	0			—	—		-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
121	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
122	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO- (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>
123	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO- CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
124	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO- CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>
125	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO- (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>
126	0			—	—		-CH <sub>2</sub> COO- CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> - Si(OMe) <sub>3</sub>

【0050】

【表11】

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
127	0			—	—		$-\text{CH}_2\text{-COO-}$ $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{-}(\text{CH}_2)_2\text{-}$ $\text{Si}(\text{OMe})_3$
128	0			—	—		$-(\text{CH}_2)_2\text{-COO-}$ $(\text{CH}_2)_3\text{-Si}(\text{OMe})_3$
129	0			—	—		$-(\text{CH}_2)_2\text{-COO-}$ $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{-Si}(\text{OMe})_3$
130	0			—	—		$-(\text{CH}_2)_2\text{-COO-}$ $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{-}(\text{CH}_2)_2\text{-}$ $\text{Si}(\text{OMe})_3$
131	0			—	—		$-\text{CH}_2\text{-COO-}(\text{CH}_2)_3\text{-}$ $\text{Si}(\text{OMe})_3$
132	0			—	—		$-(\text{CH}_2)_2\text{-COO-}$ $(\text{CH}_2)_3\text{-Si}(\text{OMe})_3$
133	0			—	—		$-(\text{CH}_2)_2\text{-COO-}$ $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{-}(\text{CH}_2)_2\text{-}$ $\text{Si}(\text{OMe})_3$
134	0			—	—		$-\text{COO-}(\text{CH}_2)_3\text{-}$ $\text{Si}(\text{OMe})_3$
135	0			—	—		$-\text{COO-CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{-}$ $(\text{CH}_2)_2\text{-Si}(\text{OMe})_3$
136	0			—	—		$-\text{CH}_2\text{-COO-}$ $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{-}(\text{CH}_2)_2\text{-}$ $\text{Si}(\text{OMe})_3$
137	0			—	—		$-(\text{CH}_2)_2\text{-COO-}$ $(\text{CH}_2)_3\text{-Si}(\text{OMe})_3$
138	0			—	—		$-(\text{CH}_2)_2\text{-COO-}$ $\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{-}(\text{CH}_2)_2\text{-}$ $\text{Si}(\text{OMe})_3$
139	0			—	—		$-(\text{CH}_2)_2\text{-COO-}$ $(\text{CH}_2)_3\text{-Si}(\text{OMe})_3$

【0051】

【表12】

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
140	0			—	—		$-(CH_2)_2-COO-$ $CH_3C_6H_4-Si(OMe)_3$
141	0			—	—		$-(CH_2)_2-COO-$ $CH_3C_6H_4-(CH_2)_2-$ $Si(OMe)_3$
142	0			—	—		$-CH_2-COO-(CH_2)_2-$ $Si(OMe)_3$
143	0			—	—		$-(CH_2)_2-COO-$ $(CH_2)_2-Si(OMe)_3$
144	0			—	—		$-(CH_2)_2-COO-$ $CH_3C_6H_4-(CH_2)_2-$ $Si(OMe)_3$
145	1						$COO-(CH_2)_2-$ $Si(OMe)_3$
146	1						$COO-CH_2C_6H_4-$ $(CH_2)_2-Si(OMe)_3$
147	1						$-CH_2-COO-(CH_2)_2-$ $Si(OMe)_3$
148	1						$-CH_2-COO-$ $CH_3C_6H_4-(CH_2)_2-$ $Si(OMe)_3$
149	1						$-(CH_2)_2-COO-$ $(CH_2)_2-Si(OMe)_3$
150	1						$-(CH_2)_2-COO-$ $CH_3C_6H_4-(CH_2)_2-$ $Si(OMe)_3$
151	1						$COO-CH_2C_6H_4-$ $(CH_2)_2-Si(OMe)_3$
152	1						$-CH_2-COO-(CH_2)_2-$ $Si(OMe)_3$

【0052】

【表13】

化合物	k	Ar <sub>1</sub>	Ar <sub>2</sub>	Ar <sub>3</sub>	Ar <sub>4</sub>	Ar <sub>5</sub>	X
153	1						-CH <sub>2</sub> -COO-CH <sub>2</sub> -C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
154	1						-CH <sub>2</sub> -COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -SiOMe <sub>3</sub>
155	1						-CH <sub>2</sub> l <sub>2</sub> -COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
156	1						-CH <sub>2</sub> l <sub>2</sub> -COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -SiOMe <sub>3</sub>
157	1						-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
158	1						-COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
159	1						-COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
160	1						-COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
161	1						-COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
162	1						-COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
163	1						-CH <sub>2</sub> -COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
164	1						-CH <sub>2</sub> l <sub>2</sub> -COO-(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -Si(OMe) <sub>3</sub>
165	1						-CH <sub>2</sub> l <sub>2</sub> -COO-CH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -SiOMe <sub>3</sub>

【0053】上記シラン化合物は、導電性基板上に電荷発生層及び電荷輸送層が形成された電子写真感光体や、導電性基板上に電荷発生層及び電荷輸送層が形成され、さらに最表面に表面保護層が形成された電子写真感光体への応用が可能である。例えば、上記一般式(I)で示されたシラン化合物を電荷輸送材料として表面保護層に含有する電子写真感光体を挙げることができる。また、電荷輸送層及び表面保護層の少なくとも1層中に電荷輸送材料として上記一般式(I)で示されるシラン化合物を含み、且つ電荷発生層中に電荷発生材料としてフタロシアニン化合物結晶を含む電子写真感光体を好ましいものとしてあげることができる。さらに好ましいものとして、電荷輸送層中に電荷輸送材料としてヒドロゾン系化合物やスチルベン系化合物等の公知の電荷輸送材料を含み、電荷発生層中に電荷発生材料としてフタロシアニン化合物結晶を含み、且つ表面保護層に上記一般式(I)

のシラン化合物を含む電子写真感光体を挙げができる。

【0054】また、本発明に用いるフッ素含有化合物としてはフッ素含有ポリマー、フッ素含有シラン化合物、フッ素含有エーテルのような様々な物質を用いることができる。なかでも、フッ素含有エステルは表面潤滑性を高めるとともに、塗布液の貯蔵安定性をも高めるために好ましい。また、フッ素含有アミン、フッ素含有カルボン酸等は一般式(I)で表される化合物どうし、あるいは他のシラン化合物と化学結合を形成させる際の触媒となるため好ましい。また、フッ素含有アルコール、フッ素含有オレフィン等は一般式(I)で表される化合物と化学結合を形成しうるので更に好ましい。また、フッ素含有シランカップリング剤は一般式(I)で表される化合物とより強固な化学結合を形成しうるので特に好ましい。

【0055】以下に、それらのフッ素含有化合物の具体例を挙げる。フッ素含有ポリマーとしては、PTFE (4フッ化エチレン樹脂)、FEP (4フッ化エチレン-6フッ化エチレン共重合樹脂)、PCTFE (3フッ化塩化エチレン樹脂)、PVF (フッ化ビニル樹脂)、PFA (4フッ化エチレン-1-フルオロアルキルビニルエーテル共重合樹脂)、PVdF (フッ化ビニリデン樹脂)、ETFE (4フッ化エチレン-1-エチレン共重合樹脂)、ECTFE (エチレン-3フッ化塩化エチレン共重合樹脂) 等を挙げることができる。

【0056】フッ素含有シラン化合物としては、ビス(ペンタフルオロフェニル)ジメチルシラン、ビス(トリデカフルオロ-1,1,2,2-テトラヒドロオクチル)テトラメチルジシロキサン、1,3-ビス(3,3,3-トリフルオロプロピリ)テトラメチルジシラザン、ジメチルジフルオロシラン、ジフェニルジフルオロシラン、メチルトリフルオロシラン、N-メチル-N-トリメチルシリルトリフルオロアセトアミド等が挙げられる。

【0057】フッ素含有エーテルとしては、2,2,2-トリフルオロエチルメチルエーテル、2,2,2-トリフルオロエチルジフルオロメチルエーテル、1,1,2,2-テトラフルオロエチルメチルエーテル、2,2,3,3-ペンタフルオロプロピルメチルエーテル、2,2,3,3-ペンタフルオロプロピルジフルオロメチルエーテル、1,1,2,2-テトラフルオロエチルエーテル、1,1,2,2-テトラフルオロエチルエーテル、2,2,3,3-テトラフルオロプロピルジフルオロメチルエーテル、ヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテル、ヘキサフルオロイソプロピルジフルオロメチルエーテル、1,1,2,3,3-ヘキサフルオロプロピルメチルエーテル、2,2,3,3-ペンタフルオロプロピル1,1,2,2-テトラフルオロエチルエーテル、1,1,3,3-ペンタフルオロ-2-トリフルオロメチルプロピルメチルエーテル、1,1,2,3,3-ヘキサフルオロプロピルエチルエーテル、2,2,3,4,4-ヘキサフルオロブチルジフルオロメチルエーテル等を挙げることができる。

【0058】フッ素含有エステルとしては、メチルパフルオロプロピオネート、エチルパフルオロプロピオネート、メチルパフルオロブチレート、エチル-5-ヒドロキシオクタフルオロヘプタン酸、エチルパフルオロオクタン酸、メチルパフルオロオクタノエート、エチルパフルオロオクタノエート等を挙げることができる。

【0059】フッ素含有アミンとしては1,1-ジヒドロ-1-ヘプタフルオロブチルアミン、1,1-ジヒドロ-1-ペンタデカフルオロブチルアミン等を挙げることができる。

【0060】フッ素含有カルボン酸としてはトリフルオロ酢酸、パフルオロプロパン酸、パフルオロブタン酸、パフルオロペンタン酸、パフルオロヘキサン酸、パフルオロヘプタン酸、パフルオロオクタン酸、パフルオロノナン酸、パフルオロデカン酸、パフルオロウンデカン酸、パフルオロウンデカン酸、等を挙げることができる。

【0061】フッ素含有アルコールとしては2,2,2-トリフルオロエタノール、2-フルオロエタノール、1,2,2,3,3-ペンタフルオロプロパノール、1,1,3-トリヒドロテトラフルオロペンタノール、2-ヒドロ-1-ヘキサフルオロ-2-プロパノール、1,1,3-トリヒドロ-1-ヘキサフルオロブタノール、1,1,5-トリヒドロテトラフルオロペンタノール、2,2-ビス(トリフルオロメチル)プロパノール、2-(パフルオロブチル)エタノール、2-パフルオロプロポキシ-2,3,3-テトラフルオロプロパノール、3-パフルオロブチル-2-ヨードプロパノール、2-(パフルオロ-3-メチルブチル)エタノール、1,1,7-トリヒドロデカフルオロヘプタノール、6-(パフルオロエチル)ヘキサノール、1,1-ジヒドロヘプタフルオロブタノール、2-(パフルオロヘキシル)エタノール、3-(パフルオロヘキシル)プロパノール、3-パフルオロヘキシル-2-ヨードプロパノール、6-(パフルオロ-1-メチルエチル)ヘキサノール、2-(パフルオロ-5-メチルヘキシル)エタノール、1,1,9-トリヒドロヘキサデカフルオロノナノール、6-(パフルオロブチル)ヘキサノール、2-(パフルオロオクチル)エタノール、3-(パフルオロ-5-メチルヘキシル)-2-ヨードプロパノール、3-(パフルオロオクチル)プロパノール、3-パフルオロオクチル-2-ヨードプロパノール、6-(パフルオロ-3-メチルブチル)ヘキサノール、2-(パフルオロ-7-メチルオクチル)エタノール、6-(パフルオロヘキシル)ヘキサノール、2-(パフルオロデシル)エタノール、3-(パフルオロ-7-メチルオクチル)-2-ヨードプロパノール、6-(パフルオロ-5-メチルヘキシル)ヘキサノール、2-(パフルオロ-9-メチルデシル)エタノール、6-(パフルオロオクチル)ヘキサノール、6-(パフルオロ-7-メチルデシル)エタノール等を挙げることができる。

【0062】フッ素含有オレフィンとしては1-メトキシ-(パフルオロ-2-メチル-1-プロペニ)、パフルオロブチルエチレン、パフルオロヘキシルエチレン、1,4-ジビニルオクタフルオロブタン、パフルオロオクチルエチレン、1,6-ジビニルドデカエフルオロヘキサン、パフルオロデシルエチレン、1,8-ジビニルヘキサデカエフルオロオクタン、パフルオロデシルエチレン等を挙げることができる。

【0063】フッ素含有シランカップリング材としては、3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 6-ノナフルオロヘキシルメチルジクロロシラン、3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 6-ノナフルオロヘキシルトリクロロシラン、ペンタフルオロプロピルトリクロロシラン、ペンタフルオロプロピルトリメトキシシラン、(トリデカフルオロー-1, 1, 2, 2-テトラヒドロオクチル)ジメチルクロロシラン、(トリデカフルオロー-1, 1, 2, 2-テトラヒドロオクチル)メチルジクロロシラン、(トリデカフルオロー-1, 1, 2, 2-テトラヒドロオクチル)トリクロロシラン、(トリデカフルオロー-1, 1, 2, 2-テトラヒドロオクチル)トリメトキシシラン、(トリデカフルオロー-1, 1, 2, 2-テトラヒドロオクチル)トリエトキシシラン、(3, 3, 3-トリフルオロプロピル)ジメチルクロロシラン、(3, 3, 3-トリフルオロプロピル)メチルジクロロシラン、(3, 3, 3-トリフルオロプロピル)トリクロロシラン、(3, 3, 3-トリフルオロプロピル)トリメトキシシラン、(ヘプタデカフルオロー-1, 1, 2, 2, 1-テトラヒドロデシル)ジメチルクロロシラン、(ヘプタデカフルオロー-1, 1, 2, 2, 1-テトラヒドロデシル)トリクロロシラン、(ヘプタデカフルオロー-1, 1, 2, 2, 1-テトラヒドロデシル)トリエトキシシラン、(ヘプタデカフルオロー-1, 1, 2, 2, 1-テトラヒドロデシル)トリメトキシシラン、(3-ヘプタフルオロイソプロポキシ)プロピルトリクロロシラン、(3-ヘプタフルオロイソプロポキシ)プロピルトリエトキシシラン、トリエトキシフルオロシラン、3-トリフルオロアセトキシプロピルトリメトキシシラン等が挙げられる。

【0064】電子写真感光体において本発明の上記一般式(I)で示される化合物および、さらに、フッ素含有化合物を用いることにより、強固かつ低表面エネルギーの表面層を持つ耐久性の優れた電子写真感光体を作成することが可能である。電荷発生材料や電荷輸送材料としては公知のいかなる材料も用いることができる。中でも電荷発生材料としてフタロシアニン化合物結晶を含み、感光層中に、一般式(I)で表される化合物を単独あるいはヒドラン系化合物やスチルベン系化合物等の公知の電荷輸送材料と混合したものとフッ素含有化合物を含む電子写真感光体が感度、安定性の点から好ましい。更に、電荷発生材料として、フタロシアニン化合物結晶を含み、感光層中に電荷輸送材料として、ヒドラン系化合物やスチルベン系化合物等の公知の電荷輸送材料を用いてポリカーボネートやポリエステルなどの公知のバインダーと共に電荷輸送層を形成し、更にこの電荷輸送層上に一般式(I)で表される化合物とフッ素含有化合物とを含有する保護層を形成した電子写真感光体を挙げることができる。

【0065】本発明における上記電子写真感光体において

て、一般式(I)で示される化合物およびフッ素含有化合物と組み合せて使用されるフタロシアニン結晶としては、特開平5-98181号公報に開示されているハロゲン化ガリウムフタロシアニン結晶、特開平5-140472号公報及び特開平5-140473号公報に開示されているハロゲン化スズフタロシアニン結晶、特開平5-263007号公報及び特開平5-279591号公報に開示されているヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶、特開平4-189873号公報及び特開平5-43813号公報に開示されているオキシチタニウムフタロシアニン水和物結晶を用いることができ、それにより、特に高感度で、繰り返し安定性の優れた電子写真感光体を得ることができる。

【0066】次に、電子写真感光体について説明する。電子写真感光体は単層構成、電荷発生層と電荷輸送層とからなる積層構成、更に、これらの上に表面保護層を設けた構成などいかなる構成でもよい。一般式(I)で示される化合物とフッソ含有化合物はこれらのいかなる層に含まれていてもよいが、最表面層に含まれる場合が最も効果的である。

【0067】これらの電荷発生層と電荷輸送層等が形成される基材となる導電性支持体としては、アルミニウム、ニッケル、クロム、ステンレス鋼等の金属類、およびアルミニウム、チタニウム、ニッケル、クロム、ステンレス鋼、金、バナジウム、酸化錫、酸化インジウム、ITO等の薄膜を設けたプラスチックフィルム等、あるいは導電性付与剤を塗布、または、含浸させた紙、およびプラスチックフィルム等があげられる。これらの導電性支持体は、ドラム状、シート状、プレート状等、適宜の形状のものとして使用されるが、これらに限定されるものではない。さらに必要に応じて導電性支持体の表面は、画質に影響のない範囲で各種の処理を行うことができる。例えば、表面の酸化処理や薬品処理、及び、着色処理等または、砂目立てなどの乱反射処理等を行うことができる。また、導電性支持体と電荷発生層の間にさらに下引層を設けてもよい。この下引層は積層構造からなる感光層の帶電時において、導電性支持体から感光層への電荷の注入を阻止するとともに、感光層を導電性支持体に対して一体的に接着保持せしめる接着層としての作用、あるいは場合によっては導電性支持体の光の反射防止作用等を示す。

【0068】この下引層に用いるバインダーポリマーは、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ポリアミド樹脂、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、フェノール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリイミド樹脂、塩化ビニリデン樹脂、ポリビニルアセタール樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリビニルアルコール樹脂、水溶性ポリエステル樹脂、ニトロセルロース、カゼイン、ゼラチン、ポリグルタミン酸、澱粉、スター-チアセテー

ト、アミノ澱粉、ポリアクリル酸、ポリアクリルアミド、ジルコニウムキレート化合物、チタニウムキレート化合物、チタニウムアルコキシド化合物、有機チタニウム化合物、シランカップリング剤等の公知の材料を用いることができる。また、下引層の厚みは0.01～10μm、好ましくは0.05～2μmが適當である。さらに下引層を設ける際の塗布方法としては、ブレードコーティング法、ワイヤーバーコーティング法、スプレーコーティング法、浸漬コーティング法、ビードコーティング法、エアナイフコーティング法、カーテンコーティング法等の通常の方法を用いることができる。

【0069】積層構成の場合、この下引き層のうえに電荷発生層と電荷輸送層とが形成される。

【0070】まず、電荷発生層について説明する。電荷発生層は電荷発生材料が好適なバインダーポリマー（接着樹脂）に分散されて形成されるが、電荷発生層に含まれる電荷発生材料としては、下記のフタロシアニン結晶、ビスアゾ顔料、フタロシアニン顔料、スクアリリウム顔料、ペリレン顔料、ジブロモアントアントロン等のいかなる公知の電荷発生材料も使用することができる。この中では、フタロシアニン結晶が好ましく用いられる。

【0071】電荷発生材料として好適に用いられるフタロシアニン結晶には、特開平5-98181号公報に開示されているハロゲン化ガリウムフタロシアニン結晶、特開平5-140472号公報及び特開平5-140473号公報に開示されているハロゲン化スズフタロシアニン結晶、特開平5-263007号公報及び特開平5-279591号公報に開示されているヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶、特開平4-189873号公報及び特開平5-43813号公報に開示されているオキシチタニウムフタロシアニン水和物結晶があり、これにより、特に高感度で、繰り返し安定性に優れた電子写真感光体を得ることができる。

【0072】本発明に使用可能なハロゲン化ガリウムフタロシアニン結晶として、クロロガリウムフタロシアニン結晶を挙げることができ、クロロガリウムフタロシアニン結晶は、特開平5-98181号公報に開示されているように、公知の方法で製造されるクロロガリウムフタロシアニン結晶を、自動乳鉢、遊星ミル、振動ミル、CFミル、ローラーミル、サンドミル、ニーダー等で機械的に乾式粉碎するか、乾式粉碎後、溶剤と共にボールミル、乳鉢、サンドミル、ニーダー等を用いて湿式粉碎処理を行うことによって製造することができる。上記の処理において使用可能な溶剤には、トルエン及びクロロベンゼン等のような芳香族類；ジメチルホルムアミド及びN-メチルピロリドン等のようなアミド類；メタノール、エタノール及びブタノール等のような脂肪族アルコール類；エチレングリコール、グリセリン及びポリエチレングリコール等のような脂肪族多価アルコール類；ベ

ンジルアルコール及びフェネチルアルコール等のような芳香族アルコール類；酢酸エステル及び酢酸ブチル等のようなエステル類；アセトン及びメチルエチルケトン等のようなケトン類；ジメチルスルホキシド；ジエチルエーテル及びテトラヒドロフラン等のようなエーテル類；これらの混合物；水とこれら有機溶剤との混合物が挙げられる。溶剤は、クロロガリウムフタロシアニン結晶1重量部に対して、1～200重量部、好ましくは10～100重量部の範囲で用いる。また、処理温度は、0°C～溶剤の沸点以下、好ましくは10～60°Cである。さらに、粉碎の際に食塩、ぼう硝等の磨碎助剤を用いることもできる。磨碎助剤はクロロガリウムフタロシアニン結晶の重量の0.5～20倍、好ましくは1～10倍で用いることができる。

【0073】本発明に使用可能なハロゲン化スズフタロシアニン結晶として、ジクロロスズフタロシアニン結晶を挙げることができ、ジクロロスズフタロシアニン結晶は、特開平5-140472号公報及び特開平5-140473号公報に開示されているように、公知の方法で製造されるジクロロスズフタロシアニン結晶を、前記のクロロガリウムフタロシアニンと同様に粉碎し、溶剤処理することにより得ることができる。

【0074】本発明に使用可能なヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶は、特開平5-263007号公報及び特開平5-279591号公報に開示されているように、公知の方法で製造されたクロロガリウムフタロシアニン結晶に、酸若しくはアルカリ性溶液中での加水分解又はアシッドペースティングを行って、ヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶を合成し、次いで直接溶剤処理を行うか、又は、合成によって得られたヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶を溶剤と共にボールミル、乳鉢、サンドミル、ニーダー等を用いて湿式粉碎処理を行うか、溶剤を用いずに乾式粉碎処理を行った後に溶剤処理することによって製造することができる。上記の処理において使用可能な溶剤としては、前記のクロロガリウムフタロシアニン結晶の製造における湿式粉碎処理で使用可能な溶剤を使用することができる。溶剤は、ヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶1重量部に対して、1～200重量部、好ましくは10～100重量部の範囲で用いる。また、処理温度は、0～150°C、好ましくは室温～100°Cである。さらに、粉碎の際に食塩、ぼう硝等の磨碎助剤を用いることもできる。磨碎助剤はヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶の重量の0.5～20倍、好ましくは1～10倍で用いることができる。

【0075】本発明に使用可能なオキシチタニウムフタロシアニン結晶は、特開平4-189873号公報及び特開平5-43813号公報に開示されているように、公知の方法で製造されるオキシチタニウムフタロシアニン結晶を、アシッドペースティングするか、又は、ボ-

ルミル、乳鉢、サンドミル、ニーダー等を用いて無機塩と共にソルトミリングを行って、X線回折スペクトルにおいて27.2°にピークを持つ、比較的結晶性の低いオキシチタニウムフタロシアニン結晶とした後、直接溶剤処理を行うか、又は、溶剤と共に、ボールミル、乳鉢、サンドミル、ニーダー等を用いて湿式粉碎処理を行うことによって製造することができる。アシッドペースティングに使用可能な酸としては、硫酸が好ましく、濃度70~100%、好ましくは95~100%のものが使用され、溶解温度は、-20~100°C、好ましくは0~60°Cである。使用される濃硫酸の量は、オキシチタニウムフタロシアニン結晶の重量の1~100倍、好ましくは3~50倍である。アシッドペーティングで使用可能な溶剤としては、水、又は、水と有機溶剤との混合溶剤が任意の量で用いられ、水と、メタノール、エタノール等のアルコール系溶剤との混合物、又は、水と、ベンゼン、トルエン等の芳香族系溶剤との混合溶剤が特に好ましい。析出させる温度については特に制限はないが、発熱を防ぐために、冰等で冷却することが好ましい。また、オキシチタニウムフタロシアニン結晶と無機塩との混合比（重量比）は、1/0.1~1/20、好ましくは1/0.5~1/5である。上記の溶剤処理において使用される溶剤としては、トルエン及びクロロベンゼン等のような芳香族類；メタノール、エタノール及びブタノール等のような脂肪族アルコール類；ジクロロメタン、クロロホルム及びトリクロロエタン等のようなハロゲン系炭化水素類；これらの混合物；水とこれら有機溶剤との混合物等が挙げられる。溶剤処理における溶剤は、オキシチタニウムフタロシアニン結晶の重量の1~100倍、好ましくは5~50倍の範囲で用いる。また、処理温度は、室温~100°C、好ましくは50~100°Cである。さらに、粉碎の際に食塩、ぼう硝等の磨碎助剤を用いることもできる。磨碎助剤はオキシチタニウムフタロシアニン結晶の重量の0.5~20倍、好ましくは1~10倍で用いることができる。

【0076】電荷発生層に用いるバインダーポリマーとしては、広範な絶縁性樹脂から選択することができる。また、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセン、ポリビニルピレン、ポリシランなどの有機光導電性ポリマーから選択することもできる。好ましいバインダーポリマーとしては、ポリビニルブチラール樹脂、ポリアリレート樹脂（ビスフェノールAとフタル酸の重縮合体等）、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、フェノキシ樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリアミド樹脂、アクリル樹脂、ポリアクリルアミド樹脂、ポリビニルピリジン樹脂、セルロース樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、カゼイン、ポリビニルアルコール樹脂、ポリビニルピロリドン樹脂等の絶縁性樹脂を挙げることができるが、これらに限定されるものではない。これらのバインダーポリマーは単独で用いても、

2種以上混合して用いてもよい。

【0077】また、電荷発生材料とバインダーポリマーとの配合比（重量比）は、10:1~1:10の範囲が好ましい。また、バインダーポリマー中に電荷発生材料を分散させる方法としては、ボールミル分散法、アトライターフィルタ分散法、サンドミル分散法等の通常の方法を用いることができる。

【0078】さらに、この分散の際、粒子サイズを、0.5μm以下、好ましくは0.3μm以下、さらに好ましくは0.15μm以下にすることが有効である。また、これらの分散に用いる溶剤としては、メタノール、エタノール、n-ブロパノール、n-ブタノール、ベンジルアルコール、メチルセルソルブ、エチルセルソルブ、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサン、酢酸メチル、酢酸n-ブチル、ジオキサン、テトラヒドロフラン、メチレンクロライド、クロロホルム、クロルベンゼン、トルエン等の通常の有機溶剤を単独又は2種以上混合して用いることができる。

【0079】なお、電荷発生層は電荷輸送層上に形成してもよいし、また、下引層と電荷輸送層との間に形成してもよい。

【0080】電荷輸送層は一般式（I）で示されるシラン化合物を単独で用いてもよく、さらに、フッ素含有化合物を併用してもよい。また、シラン化合物及び所望により併用されるフッ素含有化合物とともにこれらと相溶可能な材料を用いてもよく、例えば、公知のバインダーポリマー中に分散させて用いてもよい。また、それを硬化させて用いてもよい。また、一般式（I）で示されるシラン化合物（フッ素含有化合物）と、ヒドロゾン系電荷輸送材料、トリアリールアミン系電荷輸送材料又はスチルベン系電荷輸送材料と、電荷輸送性ポリマーとを混合して用いてもよく、さらにそれを硬化させて用いてもよい。

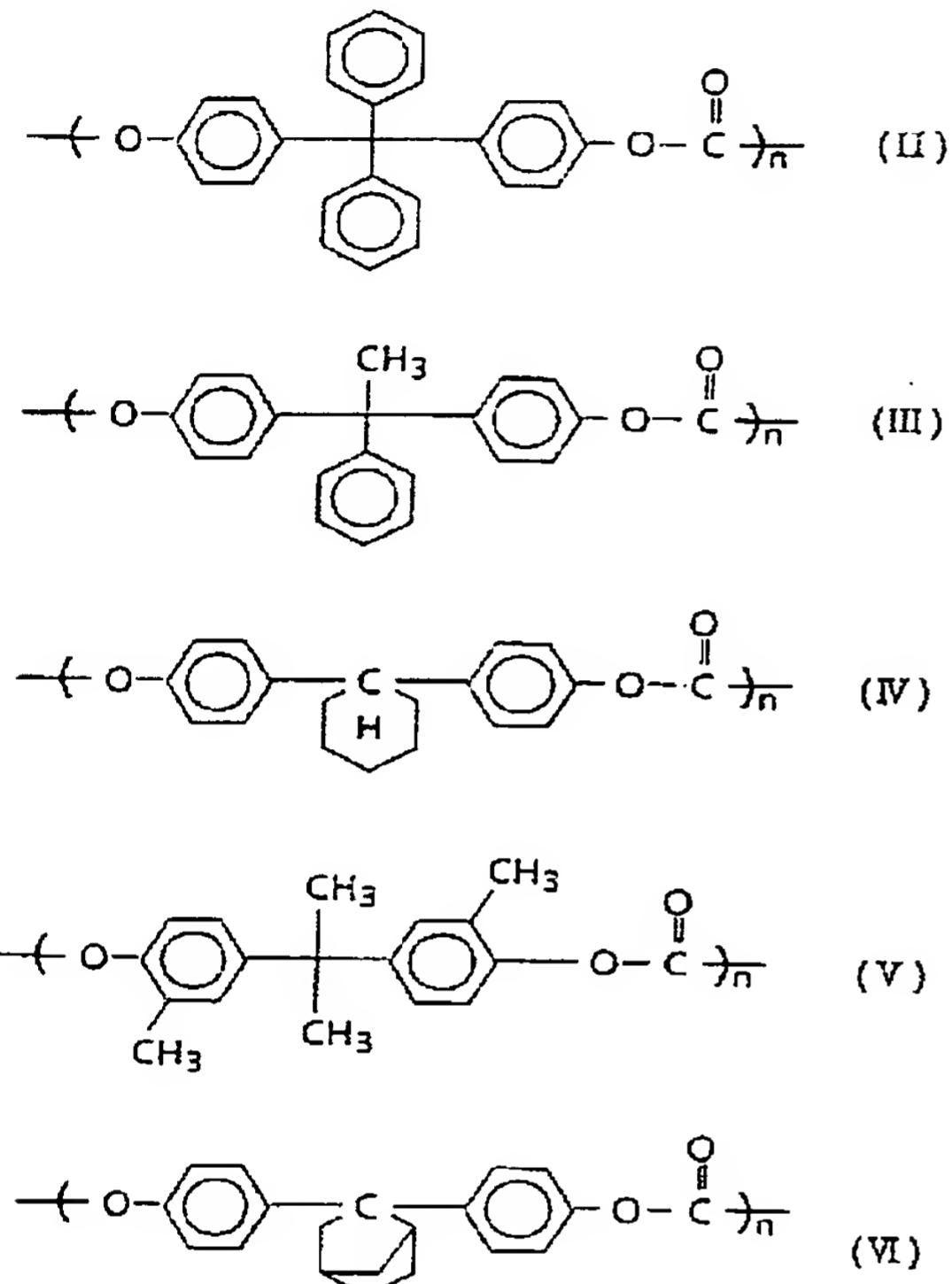
【0081】また、一般式（I）で示されるシラン化合物の代わりに、ヒドロゾン系電荷輸送材料、トリアリールアミン系電荷輸送材料又はスチルベン系電荷輸送材料と、電荷輸送性ポリマーとを混合して用いてもよく、さらにそれを硬化させて用いてもよい。

【0082】電荷輸送層に使用されるバインダーポリマーとしては、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、メタクリル樹脂、アクリル樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、ポリ塩化ビニリデン樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリビニルアセテート樹脂、スチレン-ブタジエン共重合体、塩化ビニリデン-アクリロニトリル共重合体、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル-酢酸ビニル-無水マレイン酸共重合体、シリコン樹脂、シリコン-アルキッド樹脂、フェノール-ホルムアルデヒド樹脂、スチレン-アルキッド樹脂等の絶縁性樹脂、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリシラン等の導電性樹脂を用いることができるがこれらに限定されるものではない。こ

これらのバインダーポリマーのうち、相溶性、成膜性等の点から、下記構造式(I I)～(V I)で示されるポリカーボネート樹脂、又はそれらを共重合させたポリカーボネート樹脂がより好ましい。

【0083】

【化12】



【0084】上記構造式中、nは重合度を表し、具体的には50～3000の整数を示す。一般式(I)で表されるシラン化合物と他の電荷輸送材料を混合させて用いる場合の配合比(重量比)は100/1～1/100、好ましくは90/10～10/90、さらに好ましくは60/40～40/60である。さらに、これらをバインダーポリマーと混合させる場合には、一般式(I)で表されるシラン化合物及び他の電荷輸送材料の和と結着樹脂との配合比(重量比)は100/1～1/100、好ましくは80/20～50/50である。

【0085】また、電荷輸送材料やバインダーポリマー以外にもシラン化合物やフッ素含有化合物と相溶可能な添加剤を添加してもよい。

【0086】硬化反応を行う場合には、無触媒で行っても、適切な触媒を用いてもよい。硬化反応で用いられる触媒としては以下のようなものが挙げられる。塩酸、硫酸、蟻酸、酢酸、トリフルオロ酢酸、等の酸触媒、アンモニア、トリエチルアミン等の塩基、ジブチル錫ジアセテート、ジブチル錫ジオクトエート、オクエ酸第一錫等の有機錫化合物、テトラ-*n*-ブチルチタネート、テトライソプロピルチタネート等の有機チタン化合物、有機

カルボン酸の鉄塩、マンガン塩、コバルト塩、亜鉛塩、ジルコニウム塩等が挙げられる。

【0087】更に、本発明に用いられる化合物の中で骨格中に炭素-炭素不飽和結合を持つものの硬化反応については、触媒としてH<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>・6H<sub>2</sub>O、RhCl(PPh<sub>3</sub>)<sub>3</sub>、IrCl(CO)(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、Co<sub>2</sub>(CO)<sub>8</sub>、Pt(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、[Pt(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)Cl<sub>2</sub>]<sub>2</sub>等の公知のヒドロシリル化触媒を単独、あるいは前記の触媒と混合して用いることもできる。また、硬化反応の際の温度、湿度は特に制限はないが、室温～150°C、40～100%に設定することが望ましい。

【0088】この電荷輸送層を設ける際の塗布方法としては、ブレードコーティング法、ワイヤーバーコーティング法、スプレーコーティング法、浸漬コーティング法、ビードコーティング法、エアナイフコーティング法、カーテンコーティング法等の通常の方法を用いることができる。

【0089】また、電荷輸送層の厚さは5～50μm、好ましくは10～30μmである。また通常の電荷輸送材料とバインダーからなる電荷輸送層上に更に保護層を形成する場合には、本発明の一般式(I)で表される化合物およびフッ素含有化合物を硬化させて用いることができる。この際の電荷輸送層としては電荷輸送材料とバインダーを重量比で10/90～70/30、好ましくは20/80～60/40で形成する。また、保護層には必要に応じ、アルミニウム系カップリング材、シラン系カップリング材、チタネート系カップリング材等のカップリング材、あるいはコロイダルシリカなどの微粒子あるいは前記の電荷輸送層や、電荷発生層に用いたような一般的な結着樹脂、市販のハードコート材を混合してもよい。本発明の一般式(I)で表される化合物およびフッ素含有化合物と他の材料を混合させて用いる際にはその比率は重量比で100/1～1/100好ましくは、90/10～10/90更に好ましくは、70/30～20/80で用いられる。

【0090】また、表面保護層で使用可能なカップリング剤としてはアセトキシアルミニウムジイソプロピレート、アセトエトキシアルミニウムジイソプロピレート、アセトプロポキシアルミニウムジイソプロピレート等のアルミニウム系カップリング材やチタンn-ブトキサイド、チタンエトキサイド等のチタネート系カップリング材やビニルトリクロロシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、γ-アミノプロピルトリエトキシシラン、γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N-β(アミノエチル)γ-アミノプロピルトリエトキシシラン、テトラ

メトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン等のシラン系カップリング材等の各種カップリング材を用いることができる。また、市販のハードコート材としては、KP-85(信越シリコーン社製)、CR-39(信越シリコーン社製)、X-12-2208(信越シリコーン社製)、X-40-9740(信越シリコーン社製)、X-41-1007(信越シリコーン社製)、KNS-5300(信越シリコーン社製)、X-40-2239(信越シリコーン社製)、AY42-440(東レダウコーニングシリコーン社製)、AY42-441(東レダウコーニングシリコーン社製)、AY49-208(東レダウコーニングシリコーン社製)等のハードコート材を用いることができる。

【0091】保護層の形成に使用する溶剤としては保護層を形成する材料を溶解しつつ、下層の電荷輸送層を犯さない溶剤が好ましく、例えばエタノール、ブタノール、シクロヘキサン等のアルコール類、ジエチルエーテル、ジブチルエーテル等のエーテル類、キシレン、p-シメン等の芳香族系溶剤、メチルセルソルブ、エチルセルソルブ等のセルソルブ類が挙げられ、中でも特にジブチルエーテルが強固で均一な膜が得られるため好ましい。

【0092】保護層の硬化反応は前記電荷輸送層を硬化する場合と同様に行なうことができる。

【0093】また、保護層の厚さは0.1~10μm、好ましくは0.5~7μm、更に好ましくは1~5μmで用いられる。この保護層を設ける際の塗布方法としては、ブレードコーティング法、マイヤーバーコーティング法、スプレーコーティング法、浸漬コーティング法、ビードコーティング法、エアナイフコーティング法、カーテンコーティング法等の通常の方法を用いることができる。

【0094】電子写真感光体が単層構成の場合には、一般式(I)で表される化合物、フッ素含有化合物および電荷発生材を所望の比率で混合して用いる。必要により前記の公知の電荷輸送材、公知のバインダー、カップリング剤、酸化防止剤、硬化触媒等を混合し、用いることができるが、添加する材料も一般式(I)で表される化合物およびフッ素化合物と結合可能な物が好ましく、特に-O-Si-O-結合を形成する物が強固な膜が得られ、好ましい。

【0095】一般式(I)で表される化合物:フッ素含有化合物の比率は99:1~10:60で用いられ、好ましくは95:5~50:50さらに好ましくは90:10~40:60で用いられる。更に他の材料を混合する場合には一般式(I)で表される化合物およびフッ素含有化合物および電荷発生材料:他の材料の比率は99:1~10:60で用いられ、好ましくは95:5~45:55、さらに好ましくは90:10~50:50

で用いられる。

【0096】膜の厚さは5~50μm、好ましくは10~40μmが適当である。更に、この単層の電子写真感光体の塗布方法としては、ブレードコーティング法、マイヤーバーコーティング法、スプレーコーティング法、浸漬コーティング法、ビードコーティング法、エアナイフコーティング法、カーテンコーティング法等の通常の方法を用いることができる。塗布に使用する溶剤としては、テトラヒドロフラン、クロロベンゼン、トルエン、塩化メチレン、クロロホルム、シクロヘキサン等の通常の溶剤を単独あるいは2種以上混合して用いることができる。

【0097】更に、上記の層を加熱、調湿等の手段により硬化させることも可能である。この際、用いるフッソ含有化合物としてはフッソ含有シラン化合物、フッソ含有アルコール、フッソ含有オレフィン等が好ましく、特にフッソ含有シラン化合物が好ましい。また、バインダーとしては化学反応により-O-Si-O-結合を形成できる物が特に好ましい。

【0098】

【実施例】以下、実施例によって本発明を詳細に説明する。

【0099】(合成例1)

—シラン化合物(1)の合成—

窒素置換した二口フラスコに3-ヨードプロピルトリメトキシシラン25gを入れ、トルエン200mlに溶解させた。次いで、トリフェニルホスフィン27gを加えた。その後、攪拌しながら、7時間加熱還流した後析出した結晶をトルエンでよく洗い減圧下溶媒を除去し、白色結晶のホスホニウム塩36.5グラムを得た。得られたホスホニウム塩の融点は102.0~102.5°Cであった。

【0100】窒素置換した二口フラスコにホスホニウム塩15gを入れ、無水ジメチルホルムアミド300mlに溶解させた。次いで、反応系を-5°Cに冷却し、水素化ナトリウム1.05gを加え、15分攪拌した。その後、攪拌しながら、N-(4-ホルミルフェニル)-N-(3,4-ジメチルフェニル)ビフェニル-4-アミン5.1gを加え、徐々に室温まで温度を上げ、2時間攪拌した。反応終了後、メタノール10mlを加え、さらに反応混合物を3リットルの氷水中に注ぎトルエンで抽出し減圧下溶媒を除去した後、シリカゲルでカラム精製(溶剤:トルエン)し、淡黄色の油状のシラン化合物(1)6gを得た。得られたシラン化合物のIR吸収スペクトルを図1に示す。

【0101】(合成例2)

—シラン化合物(12)の合成—

窒素置換した二口フラスコに実施例1で合成したホスホニウム塩15.9gを入れ、無水ジメチルホルムアミド300mlに溶解させた。次いで、反応系を-5°Cに

冷却し、水素化ナトリウム 1.5 g を加え、15分攪拌した。その後、攪拌しながら、3, 3'-ジメチル-N, N'-ビス(4-ホルミルフェニル)-N, N'-ビス(3, 4-ジメチルフェニル)-1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジアミン 6.0 g を加え、徐々に室温まで温度を上げ、2時間攪拌した。反応終了後、メタノール 30 ml を加え、さらに反応混合物を 3 リットルの氷水中に注ぎトルエンで抽出し減圧下溶媒を除去した後、シリカゲルでカラム精製(溶剤:トルエン)し、淡黄色の油状のシラン化合物(12) 6.9 g を得た。得られたシラン化合物の IR 吸収スペクトルを図 2 に示す。

#### 【0102】(合成例3)

##### —シラン化合物(4)の合成—

窒素置換した二口フラスコに N-(4-ホルミルフェニル)-N-(3, 4-ジメチルフェニル)ビフェニル-4-アミン 10 g を入れ、トルエン 100 ml に溶解させた。次いで、モレキュラーシープ 4A 1 g とパラトルエンスルホン酸 0.5 g を加えた。その後攪拌しながら、3-アミノプロピルトリメトキシシラン 13 g を 10 分かけて滴下し、室温で 5 時間攪拌した後、200 ml の水に注ぎトルエンで抽出し、有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥させ減圧下溶媒を留去し、淡黄色の油状のシラン化合物(4) 13.2 g を得た。得られたシラン化合物の IR 吸収スペクトルを図 3 に示す。

#### 【0103】(合成例4)

##### —シラン化合物(5)の合成—

窒素置換した二口フラスコに N-(4-ホルミルフェニル)-N-(3, 4-ジメチルフェニル)ビフェニル-4-アミン 10 g を入れ、トルエン 100 ml に溶解させた。次いで、モレキュラーシープ 4A 1 g とパラトルエンスルホン酸 0.5 g を加えた。その後攪拌しながら、3-アミノプロピルトリメトキシシラン 13 g を 10 分かけて滴下し、室温で 5 時間攪拌した後、200 ml の水に注ぎトルエンで抽出し、有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥させ減圧下溶媒を留去し、淡黄色の油状のシラン化合物(5) 13 g を得た。得られたシラン化合物の IR 吸収スペクトルを図 4 に示す。

#### 【0104】(合成例5)

##### —シラン化合物(15)の合成—

窒素置換した二口フラスコに 3, 3'-ジメチル-N, N'-ビス(4-ホルミルフェニル)-N, N'-ビス(3, 4-ジメチルフェニル)-1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジアミン 10 g を入れ、トルエン 100 ml に溶解させた。次いで、モレキュラーシープ 4A 1 g とパラトルエンスルホン酸 1 g を加えた。その後攪拌しながら、3-アミノプロピルトリメトキシシラン 12 g を 10 分かけて滴下し、室温で 5 時間攪拌した後、200 ml の水に注ぎトルエンで抽出し、有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥させ減圧下溶媒を留去し、淡黄色の

油状のシラン化合物(15) 11 g を得た。得られたシラン化合物の IR 吸収スペクトルを図 5 に示す。

#### 【0105】(合成例6)

##### —シラン化合物(16)の合成—

窒素置換した二口フラスコに 3, 3'-ジメチル-N, N'-ビス(4-ホルミルフェニル)-N, N'-ビス(3, 4-ジメチルフェニル)-1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジアミン 10 g を入れ、トルエン 100 ml に溶解させた。次いで、モレキュラーシープ 4A 1 g とパラトルエンスルホン酸 1 g を加えた。その後攪拌しながら、3-アミノプロピルトリエトキシシラン 15 g を 10 分かけて滴下し、室温で 5 時間攪拌した後、200 ml の水に注ぎトルエンで抽出し、有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥させ減圧下溶媒を留去し、淡黄色の油状のシラン化合物(16) 12 g を得た。得られたシラン化合物の IR 吸収スペクトルを図 6 に示す。

#### 【0106】(合成例7)

##### —シラン化合物(6)の合成—

ナス型フラスコに合成例 1 で製造したシラン化合物

(1) 6 g を入れ、テトラヒドロフラン 20 ml とエタノール 20 ml との混合物に溶解させた。次いで、5% Pd-C 0.1 g を加え、乾燥水素で置換し、フラスコの口を乾燥水素供給源に接続した状態で、15時間室温で反応させた。反応終了後、Pd-C をろ過し、減圧下溶媒を除去した後、シリカゲルでカラム精製(溶剤:トルエン)し、淡黄色の油状のシラン化合物(6) 4.2 g を得た。得られたシラン化合物の IR 吸収スペクトルを図 7 に示す。

#### 【0107】(合成例8)

##### —シラン化合物(17)の合成—

ナス型フラスコに合成例 2 で製造したシラン化合物(12) 6.3 g を入れ、テトラヒドロフラン 20 ml とエタノール 20 ml との混合物に溶解させた。次いで、5% Pd-C 0.2 g を加え、乾燥水素で置換し、フラスコの口を乾燥水素供給源に接続した状態で、15時間室温で反応させた。反応終了後、Pd-C をろ過し、減圧下溶媒を除去した後、シリカゲルでカラム精製(溶剤:ヘキサン/酢酸エチル=1/1)し、淡黄色の油状のシラン化合物(17) 5.9 g を得た。得られたシラン化合物の IR 吸収スペクトルを図 8 に示す。

#### 【0108】(合成例9)

##### —クロロガリウムフタロシアニン結晶の合成—

1, 3-ジイミノイソインドリン 30 重量部、3 塩化ガリウム 9.1 重量部をキノリン 230 重量部中に入れ、200°Cにおいて 3 時間反応させた後、生成物(湿ケイキ)をろ別し、アセトン、メタノールで洗浄し、次いで、湿ケイキを乾燥した後、クロロガリウムフタロシアニン結晶 28 重量部を得た。得られたクロロガリウムフタロシアニン結晶 3 重量部を、自動乳鉢(Lab-Mi-11 U-T-21型、ヤマト科学社製)で 3 時間乾式粉

碎し、その0.5重量部を、ガラスビーズ(1mmφ)60重量部と共に室温下、ベンジルアルコール20重量部中で24時間ミリング処理した後、ガラスビーズをろ別し、メタノール10重量部で洗浄し、乾燥して、粉末X線回折スペクトルで $2\theta \pm 0.2^\circ = 7.4^\circ, 16.6^\circ, 25.5^\circ$ 及び $28.3^\circ$ に強い回折ピークを持つクロロガリウムフタロシアニン結晶(CG-1)を得た。

#### 【0109】(合成例10)

ジクロロスズフタロシアニン結晶の合成  
フタロニトリル50g及び無水塩化第2スズ27gを、1-クロルナフタレン350ml中に加え、195°Cにおいて5時間反応させた後、生成物をろ別し、1-クロルナフタレン、アセトン、メタノール、次いで水で洗浄した後、減圧乾燥して、ジクロロスズフタロシアニン結晶18.3gを得た。得られたジクロロスズフタロシアニン結晶5gを、食塩10g、メノウボール(20mmφ)500gと共にメノウ製ポットに入れ、遊星型ボールミル(P-5型、フリッチュ社製)にて400rpmで10時間粉碎した後、十分に水洗し、乾燥した。その0.5gを、テトラヒドロフラン15g、ガラスビーズ(1mmφ)30gと共に室温下24時間ミリング処理した後、ガラスビーズをろ別し、メタノールで洗浄し、乾燥して、粉末X線回折スペクトルで $2\theta \pm 0.2^\circ = 8.5^\circ, 11.2^\circ, 14.5^\circ$ 及び $27.2^\circ$ に強い回折ピークを有するジクロロスズフタロシアニン結晶(CG-2)を得た。

#### 【0110】(合成例11)

ヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶の合成  
合成例10で得られたクロロガリウムフタロシアニン結晶3重量部を濃硫酸60重量部に0°Cにて溶解した後、5°Cの蒸留水450重量部に上記溶液を滴下し、結晶を再析出させた。蒸留水、希アンモニア水等で洗浄した後、乾燥し、2.5重量部のヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶を得た。この結晶を自動乳鉢にて5.5時間粉碎した後、その0.5重量部をジメチルホルムアミド15重量部、直徑1mmのガラスビーズ30重量部と共に24時間ミリングし、次いで、結晶を分離し、メタノールで洗浄後乾燥し、粉末X線回折スペクトルで $2\theta \pm 0.2^\circ = 7.5^\circ, 9.9^\circ, 12.5^\circ, 16.3^\circ, 18.6^\circ, 25.1^\circ$ 及び $28.3^\circ$ に強い回折ピークを有するヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶(CG-3)を得た。

#### 【0111】(合成例12)

オキシチタニウムフタロシアニン結晶の合成  
1,3-ジイミノイソインドリン30重量部、チタニウムテトラブトキシド17重量部を1-クロルナフタレン200重量部中に入れ、窒素気流下190°Cにおいて5時間反応させた後、生成物をろ過し、アンモニア水、水、アセトンで洗浄し、オキシチタニウムフタロシアニ

ン40重量部を得た。得られたオキシチタニウムフタロシアニン結晶5重量部と塩化ナトリウム10重量部を自動乳鉢(Lab-MILL UT-21型、ヤマト科学社製)を用いて3時間粉碎した。その後、蒸留水で充分に洗浄し、乾燥して4.8重量部のオキシチタニウムフタロシアニン結晶を得た。得られたオキシチタニウムフタロシアニン結晶は、粉末X線回折スペクトルで $2\theta \pm 0.2^\circ = 27.3^\circ$ に明瞭なピークを示すものであった。得られたオキシチタニウムフタロシアニン結晶2重量部を蒸留水20重量部、モノクロロベンゼン2重量部の混合溶剤中で、50°Cにおいて1時間攪拌した後、ろ過し、メタノールで十分洗浄し、乾燥して、粉末X線回折スペクトルで $2\theta \pm 0.2^\circ = 27.3^\circ$ に強い回折ピークを有するオキシチタニウムフタロシアニン結晶(CG-4)を得た。

#### 【0112】(実施例1)

(下引層の形成) ホーニング処理した30mmφのアルミニウム円筒基板上にジルコニウム化合物(商品名:オルガチックスZC540、マツモト製薬社製)100重量部、シラン化合物(商品名: A1110、日本ユンカ一社製)10重量部、イソプロパノール400重量部及びブタノール200重量部からなる溶液を浸漬コーティング法で塗布し、150°Cにおいて10分間加熱乾燥し膜厚0.5μmの下引層を形成した。

(電荷発生層の形成) 合成例9で作製したクロロガリウムフタロシアニン結晶10重量部を、ポリビニルブチラール樹脂(商品名:エスレックBM-S、積水化学社製)10重量部及び酢酸n-ブチル500重量部と混合し、ガラスビーズと共にペイントシェーカーで1時間処理して分散した後、得られた塗布液を上記下引層上に浸漬コーティング法で塗布し、100°Cにおいて10分間加熱乾燥し、膜厚0.18μmの電荷発生層を形成した。

(電荷輸送層の形成) 次に、N,N-ビス(3,4-ジメチルフェニル)ビフェニル-4-アミン(CT-1)2重量部と、1,1'-ジ-(p-フェニレン)シクロヘキサンカーボネート3重量部を、モノクロロベンゼン20重量部に溶解し、得られた塗布液を、電荷発生層が形成されたアルミニウム円筒基板上に浸漬コーティング法で塗布し、120°Cにおいて1時間加熱乾燥、膜厚15μmの電荷輸送層を形成した。

(表面保護層の形成) さらに、合成例1で作製したシラン化合物(1)10重量部、ハードコート剤(商品名:X-40-2239、信越シリコン社製)20重量部、フェニルトリエトキシシラン3重量部及び酢酸1重量部を混合し、得られた塗布液を、電荷輸送層が形成された上に浸漬コーティング法で塗布し、100°Cにおいて1時間加熱硬化させ、膜厚3μmの表面保護層を形成し、電子写真感光体を得た。

【0113】このようにして得られた電子写真感光体に

について、レーザービームプリンター（商品名：XP-1 1、富士ゼロックス社製）で高温高湿（35°C、80%RH）の環境下、プリントテストを行い、1枚目と2000枚コピー後の画質を評価した。その結果を表9に示す。

【0114】（実施例2～9）電荷発生材料とシラン化合物との組合せを表9のように変え、実施例1同様に電子写真感光体を作製し、評価した。結果を表9に示す。

【0115】（実施例10～15）電荷輸送材料にN,N'-ジフェニル-N,N'-ビス（m-トリル）ベンジジン（CT-2）を用いた以外は実施例1～9と同様に電子写真感光体を作製し、評価した。結果を表9に示す。

【0116】（実施例16）実施例1～15と同様にアルミニウム円筒基板上に膜厚0.5 μmの下引層を形成し、さらに電荷発生材料として合成例10で作製したクロロガリウムフタロシアニン結晶を用いた膜厚0.17 μmの電荷発生層を形成した。

【0117】次に電荷輸送材料として合成例1で作製したシラン化合物（1）1重量部とバインダーポリマーとして構造式（II）で表されるポリカーボネート樹脂1重量部を、モロクロロベンゼン8重量部及び酢酸1重量部に溶解し、得られた塗布液を、電荷発生層が形成された上に浸漬コーティング法で塗布し、100°Cにおいて1時間加熱乾燥し、膜厚1.5 μmの電荷輸送層を形成した。

52  
\*形成した。

【0118】このようにして得られた電子写真感光体を実施例1～15と同様に評価した。その結果を表10に示す。

【0119】（実施例17～27）バインダーポリマー及びシラン化合物を表14のように変えた以外は、実施例16と同様に電子写真感光体を作成し、評価した。結果を表15に示す。

【0120】（比較例1）実施例1～27と同様にアルミニウム円筒基板上に膜厚0.5 μmの下引層を形成し、さらに電荷輸送材料として合成例10で作製したクロロガリウムフタロシアニン結晶を用いて膜厚0.15 μmの電荷輸送層を形成した。

【0121】次に電荷輸送材料としてトリフェニルアミン2重量部とバインダーポリマーとして構造式（II）で表されるポリカーボネート樹脂1重量部を、モロクロロベンゼン8重量部に溶解し、得られた塗布液を、電荷発生層が形成された上に浸漬コーティング法で塗布し、100°Cにおいて1時間加熱乾燥し、膜厚1.6 μmの電荷輸送層を形成した。

【0122】このようにして得られた電子写真感光体を実施例1～27と同様に評価した。その結果を表15に示す。

【0123】  
【表14】

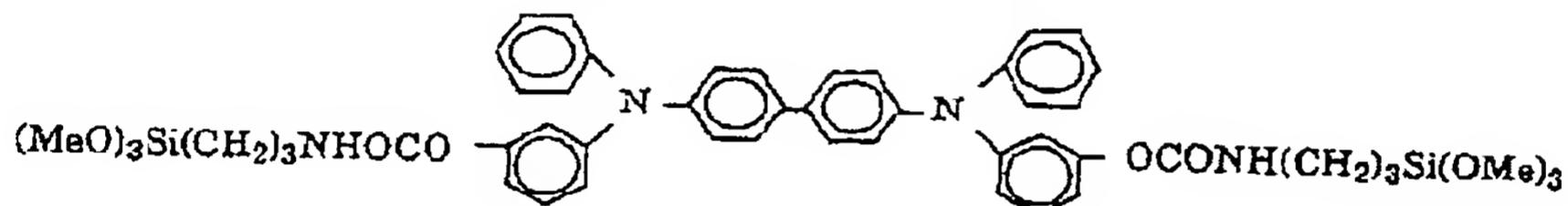
実施例	化合物 No.	電荷発生 材料	電荷輸送 材料	画質	
				1枚コピー後	2000枚コピー後
1	(1)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
2	(1)	CG-2	CT-1	良 好	良 好
3	(1)	CG-3	CT-1	良 好	良 好
4	(1)	CG-4	CT-1	良 好	良 好
5	(4)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
6	(5)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
7	(13)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
8	(16)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
9	(17)	CG-1	CT-1	良 好	良 好
10	(1)	CG-1	CT-2	良 好	良 好
11	(4)	CG-1	CT-2	良 好	良 好
12	(5)	CG-1	CT-2	良 好	良 好
13	(13)	CG-1	CT-2	良 好	良 好
14	(16)	CG-1	CT-2	良 好	良 好
15	(17)	CG-1	CT-2	良 好	良 好

【0124】

【表15】

実施例	化合物 No.	CTL バイ ンダー	画 質	
			1枚コピ- 後	2000枚コピ- 後
16	(1)	(II)	良 好	良 好
17	(1)	(III)	良 好	良 好
18	(1)	(IV)	良 好	良 好
19	(1)	(V)	良 好	良 好
20	(1)	(VI)	良 好	良 好
21	(1)	(VII)	良 好	良 好
22	(6)	(III)	良 好	良 好
23	(6)	(IV)	良 好	良 好
24	(13)	(III)	良 好	良 好
25	(13)	(IV)	良 好	良 好
26	(18)	(III)	良 好	良 好
27	(18)	(IV)	良 好	良 好
比較例 1	NPh <sub>3</sub>	(II)	良 好	一部、かぶり を生じた

【0125】(実施例28~46)電荷発生材料とシラン化合物との組合せを表16のように変え、実施例2~\*



【0129】このようにして得られた電子写真感光体を実施例と同様に評価した。その結果を表16に示す。

【0130】(実施例47~66)電荷発生材料とシラン化合物との組合せを表17のように変え、実施例16~29と同様に電子写真感光体を作製し、評価した。結果を表17に示す。

\*9と同様に電子写真感光体を作製し、評価した。結果を表16に示す。

【0126】(比較例2)実施例と同様にアルミニウム円筒基盤上に膜厚0.5 μmの下引層を形成し、更に電荷輸送材料として合成例10で作成したクロロガリウムフタロシアニン結晶を用いて膜厚0.15 μmの電荷発生層を形成し、その上にN,N-ビス(3,4-ジメチルフェニル)ビフェニル-4-アミン(CT-1)を用いて膜厚1.5 μmの電荷輸送層を形成した。

10 【0127】以下の構造式で表されるシラン化合物(CT-3)10部と、ハードコート材(信越シリコン社製、X-40-2239)20部、フェニルトリエトキシシラン3部、酢酸1部を混合させ、得られた塗布液を、輸送層が形成された上に浸漬コーティング法で塗布し、100°Cにおいて1時間加熱硬化させ、膜厚2.5 μmの表面保護層を形成し、電子写真感光体を得た。

【0128】

【化13】

※【0131】(比較例3)電荷輸送層として比較例1で用いたシラン化合物(CT-3)を用いた以外は、比較例2と同様に電子写真感光体を作成し、評価を行った。その結果を表17に示す。

【0132】

※ 【表16】

実施例	化合物 No.	電荷発生 材料	電荷輸送 材料	画 質	
				1枚コピ- 後	2000枚コピ- 後
28	29	CG-1	CT-1	良 好	良 好
29	30	CG-1	CT-1	良 好	良 好
30	30	CG-2	CT-1	良 好	良 好
31	30	CG-3	CT-1	良 好	良 好
32	30	CG-4	CT-1	良 好	良 好
33	31	CG-1	CT-1	良 好	良 好
34	32	CG-1	CT-1	良 好	良 好
35	35	CG-1	CT-1	良 好	良 好
36	36	CG-1	CT-1	良 好	良 好
37	37	CG-1	CT-1	良 好	良 好
38	38	CG-1	CT-1	良 好	良 好
39	29	CG-1	CT-2	良 好	良 好
40	30	CG-1	CT-2	良 好	良 好
41	31	CG-1	CT-2	良 好	良 好
42	32	CG-1	CT-2	良 好	良 好
43	35	CG-1	CT-2	良 好	良 好
44	36	CG-1	CT-2	良 好	良 好
45	37	CG-1	CT-2	良 好	良 好
46	38	CG-1	CT-2	良 好	良 好
比較例 2	CT-3	CG-1	CT-1	若干の画像流れ れ	若干の画像流れ れ

実施例	化合物 No	CTL バイ ンダー	画質	
			1枚コピ-後	2000枚コピ-後
47	29	(VI)	良好	良好
48	29	(VII)	良好	良好
49	30	(II)	良好	良好
50	30	(III)	良好	良好
51	30	(IV)	良好	良好
52	30	(V)	良好	良好
53	30	(VI)	良好	良好
54	30	(VII)	良好	良好
55	31	(III)	良好	良好
56	31	(IV)	良好	良好
57	32	(III)	良好	良好
58	32	(IV)	良好	良好
59	35	(III)	良好	良好
60	35	(IV)	良好	良好
61	36	(III)	良好	良好
62	36	(IV)	良好	良好
63	37	(III)	良好	良好
64	37	(IV)	良好	良好
65	38	(III)	良好	良好
66	38	(IV)	良好	良好
比較例 3	CT-3	(II)	若干の画像流れ	若干の画像流れ

【0134】表からわかるように、本実施例は、溶解性、成膜性、相溶性に優れたシラン化合物を用いているため、強固な膜を有し、このため優れた機械的強度及び繰り返し安定性を有し、且つ高感度であることがわかる。

#### 【0135】(実施例67)

＜下引層の作製＞ホーニング処理した30mmφのアルミニウム円筒基板上にジルコニウム化合物（商品名：オルガチックスZC540、マツモト製薬社製）100部およびシラン化合物（商品名：A1110、日本ユニカ一社製）10部とi-プロパノール400部およびブタノール200部からなる溶液を浸漬コーティング法で塗布し、150°Cにおいて10分間加熱乾燥し膜厚0.5μmの下引層を形成した。

【0136】＜電荷発生層の作製＞合成例9で合成されたクロロガリウムフタロシアニン結晶10部を、ポリビニルブチラール樹脂（商品名：エスレックBM-S、積水化学社製）10部および酢酸n-ブチル500部と混合し、ガラスビーズとともにペイントシェーカーで1時間処理して分散した後、得られた塗布液を上記下引層上に浸漬コーティング法で塗布し、100°Cにおいて10分間加熱乾燥し、膜厚0.18μmの電荷発生層を形成した。

【0137】＜電荷輸送層の作製＞次にN,N-ビス

(3,4-ジメチルフェニル)ビフェニル-4-アミン(CTM-1)2部と、1,1'-ジ-(p-フェニレン)シクロヘキサンカーボネート3部を、モノクロロベンゼン20部に溶解し、得られた塗布液を、電荷発生層が形成されたアルミニウム円筒基板上に浸漬コーティング法で塗布し、120°Cにおいて1時間加熱乾燥を行い膜厚15μmの電荷輸送層を形成した。

【0138】＜表面保護層の作製＞更に化合物(1)10部と、バインダー（信越シリコン社製、X-40-2239）20部、フッ素含有化合物であるPTFE3部、1N-塩酸1部、ジブチルエーテル30部を15分間攪拌混合させ、得られた塗布液を、輸送層が形成された上に浸漬コーティング法で塗布し、120°Cにおいて1時間加熱乾燥した後更に80度（湿度80%）で1.5時間硬化させ、膜厚3μmの表面保護層を形成し、感光体を得た。

【0139】このようにして得られた電子写真用感光体を実機(XP-11；富士ゼロックス社製)に登載しB4のPPC用紙で1万枚の耐久試験を行った。その結果20を表22に示す。

【0140】(実施例68～116)一般式(I)で表される化合物、フッ素含有化合物、触媒の組合せを表18、19の様に変え、実施例1と同様に電子写真用感光体を作製し、評価した。結果を表20、21、22に示す。

【0141】(比較例4)上記各実施例の表面保護層を設けない電子写真用感光体を作成し、同様な評価を行った。結果を表22に示す。

【0142】(比較例5～13)電荷輸送材として一般式(I)で表される化合物の代わりにN,N-ビス(3,4-ジメチルフェニル)ビフェニル-4-アミン(CTM-1)を用い、上記実施例68～116と同様にフッ素含有化合物、触媒の組合せを表19の様に変えて保護層を形成させたが、いずれも白化等により良好な保護層は得られなかった。

【0143】(比較例14)電荷輸送材として一般式(I)で表される化合物の代わりにN,N-ビス(3,4-ジメチルフェニル)ビフェニル-4-アミン(CTM-1)を用い、更にバインダーとして前記の構造式(IV)で表されるポリカーボネートを用い、フッ素含有化合物としてF(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Si(OMe)<sub>3</sub>を用い前記実施例68～116と同様に保護層を形成させたが、相溶性が悪いため、白化してしまい良好な保護層は得られなかった。

【0144】

【表18】

実施例	化合物No	フッ素含有化合物	触媒	その他
67	(1)	PTFE	LN-HCl	
68	(4)	"	"	
69	(6)	"	"	
70	(13)	"	"	
71	(15)	"	"	
72	(17)	"	"	
73	(1)	CF <sub>3</sub> CF <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OMe	"	
74	(4)	"	"	
75	(6)	"	"	
76	(13)	"	"	
77	(15)	"	"	
78	(17)	"	"	
79	(1)	P(CF <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> COOMe	"	
80	(4)	"	"	
81	(6)	"	"	
82	(13)	"	"	
83	(15)	"	"	
84	(17)	"	"	
85	(1)	P(CF <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> COOH	-	
86	(4)	"	-	
87	(6)	"	-	
88	(13)	"	-	
89	(15)	"	-	
90	(17)	"	-	
91	(1)	P(CF <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	-	
92	(4)	"	-	
93	(6)	"	-	
94	(13)	"	-	
95	(15)	"	-	
96	(17)	"	-	

【0145】

【表19】

実施例	化合物No	フッソ含有化合物	触媒	その他
97	(1)	$\text{P}(\text{CF}_3)_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	1N-HCl	
98	(4)	"	"	
99	(6)	"	"	
100	(13)	"	"	
101	(15)	"	"	
102	(17)	"	"	
103	(1)	$\text{P}(\text{CF}_3)_3\text{CH}=\text{CH}_2$	"	$\text{H}_2\text{PtCl}_6\text{H}_2\text{O}/0.1\text{部}$ $\text{PhSi(OEt)}_2\text{H}/4\text{部}$
104	(13)	"	"	"
105	(1)	$\text{P}(\text{CF}_3)_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	"	
106	(4)	"	"	
107	(6)	"	"	
108	(13)	"	"	
109	(15)	"	"	
110	(17)	"	"	
111	(1)	$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	"	
112	(4)	"	"	
113	(6)	"	"	
114	(13)	"	"	
115	(15)	"	"	
116	(17)	"	"	
比較例 5	CTM-1	PTPE	"	
6	"	$\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OMe}$	"	
7	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_3\text{COOMe}$	"	
8	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_3\text{COOH}$	—	
9	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_3\text{CH}_2\text{NH}_2$	—	
10	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	1N-HCl	
11	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_3\text{CH}=\text{CH}_2$	"	$\text{H}_2\text{PtCl}_6\text{H}_2\text{O}/0.1\text{部}$ $\text{PhSi(OEt)}_2\text{H}/4\text{部}$
12	"	$\text{P}(\text{CF}_3)_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	"	
13	"	$\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	"	

【0146】

\* \* 【表20】

実施例	1万枚コピー後の状態			
	コピー画質	感光体磨耗量 (nm)	感光体表面状態	感光体付着物
67	良好	410	良好	無し
68	良好	436	良好	無し
69	良好	414	良好	無し
70	良好	403	良好	無し
71	良好	409	良好	無し
72	良好	405	良好	無し
73	良好	650	良好	無し
74	良好	679	良好	無し
75	良好	652	良好	無し
76	良好	613	良好	無し
77	良好	608	良好	無し
78	良好	604	良好	無し
79	良好	483	良好	無し
80	良好	503	良好	無し
81	良好	472	良好	無し
82	良好	426	良好	無し
83	良好	411	良好	無し
84	良好	416	良好	無し
85	良好	497	良好	無し
86	良好	489	良好	無し
87	良好	494	良好	無し
88	良好	478	良好	無し
89	良好	481	良好	無し
90	良好	475	良好	無し

【0147】

\* \* 【表21】

実施例	1万枚コピー後の状態			
	コピー画質	感光体磨耗量 (nm)	感光体表面状態	感光体付着物
91	良好	375	良好	無し
92	良好	369	良好	無し
93	良好	381	良好	無し
94	良好	359	良好	無し
95	良好	367	良好	無し
96	良好	344	良好	無し
97	良好	216	良好	無し
98	良好	228	良好	無し
99	良好	203	良好	無し
100	良好	197	良好	無し
101	良好	190	良好	無し
102	良好	176	良好	無し
103	良好	283	良好	無し
104	良好	259	良好	無し
105	良好	75	良好	無し
106	良好	87	良好	無し
107	良好	79	良好	無し
108	良好	43	良好	無し
109	良好	40	良好	無し
110	良好	29	良好	無し
111	良好	206	良好	無し
112	良好	219	良好	無し
113	良好	201	良好	無し
114	良好	185	良好	無し

【0148】

\* \* 【表22】

実施例	1万枚コピー後の状態			
	コピー画質	感光体磨耗量 (nm)	感光体表面状態	感光体付着物
115	良好	194	良好	無し
116	良好	182	良好	無し
比較例 4	傷による画質欠陥発生	880	若干の傷	若干の付着物

【0149】表18～22の結果より明らかなように、一般式(I)で表される化合物とフッ素含有化合物とを含有した実施例の電子写真感光体はいずれも強固な膜が形成され、耐久性、環境安定性が極めて優れており、且つ高感度であることがわかる。一方、フッ素含有化合物を含有しても、電荷輸送材として一般式(I)で表される化合物を含まないものは好適な保護層を形成しえないことがわかった。

【0150】(合成例13)

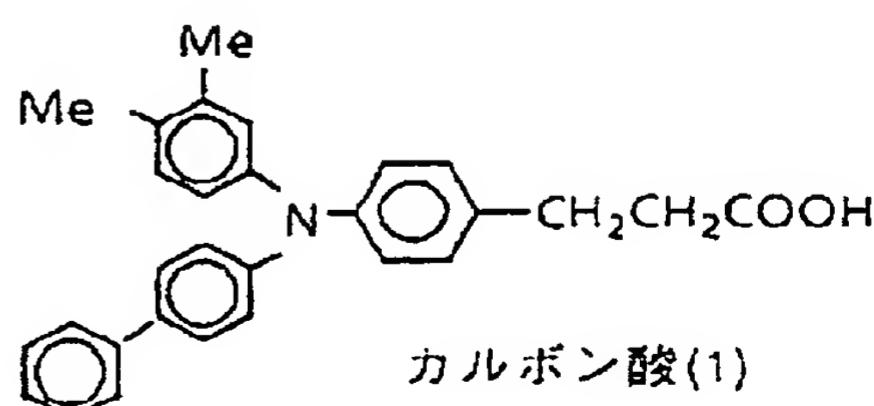
-化合物(112)の合成-

窒素置換した200mlの二口フラスコに下記構造式で示されるカルボン酸(1)10.1gと1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]-7-ウンデセン4.6gをジメチルホルムアミド50mlに溶解させ、100度に加熱した。その後((クロロメチル)フェニルエチル)トリメトキシシラン7.6gを加え100度で4時間搅拌した。その後、トルエン500mlを加え、500mlを50ml

の蒸留水で二度洗浄し、有機層に無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥し、減圧下溶媒を除去した後、シリカゲルでカラム精製(溶剤:トルエン/塩化メチレン)し、淡黄色油状のシラン化合物(112)7.1gを得た。得られたシラン化合物のIR吸収スペクトルを図9に示す。

【0151】

【化14】

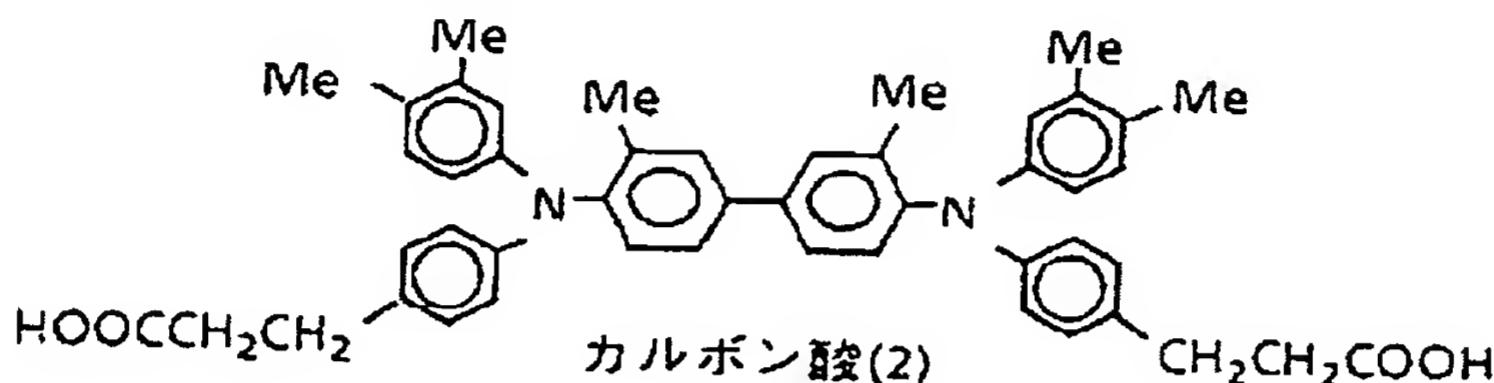


【0152】(合成例14)

-化合物(150)の合成-

窒素置換した200mlのナス型フラスコに下記構造式

で示されるカルボン酸(2) 14.3 g と 1,8-ジアザビシクロ[5,4,0]-7-ウンデセン7.3 g をジメチルホルムアミド 50 ml に溶解させ、100度に加熱した。その後 ((クロロメチル)フェニルエチル)トリメトキシシラン 12.4 g を加え 100 度で 6 時間攪拌した。その後、トルエン 500 ml 及び蒸留水 300 ml を加え、析出した不溶分をセライトを通しろ別した。誘起層を 500 ml の蒸留水で二度洗浄し、無水硫\*

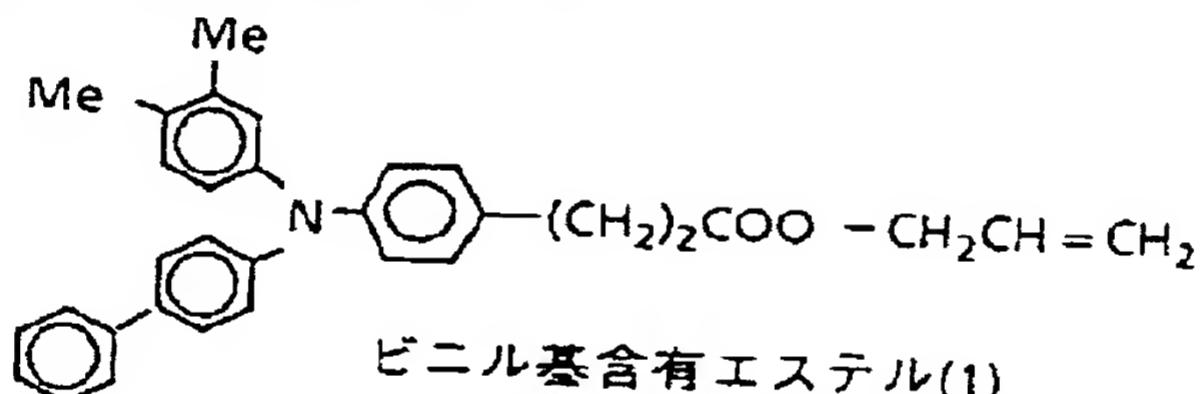


【0154】(合成例 15)

一化合物(111)の合成

窒素置換した 300 ml の二口フラスコに上記構造式で示されるカルボン酸(1) 5.0 g とアリルアルコール 5.0 g を取り、100 ml のトルエンに溶解させた。

更に濃硫酸 1 ml を滴下し 15 時間攪拌した。その後、20 200 ml の蒸留水に注ぎ二度洗浄を行い、有機層に無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥し、減圧下溶媒を除去し※



【0156】窒素置換した 200 ml の二口フラスコにビニル基含有エステル(1) 3 g とトリメトキシシラン 3 g を取り、攪拌しながら H2 PtCl6 6H2O (1%イソプロパノール溶液) を 0.1 ml 滴下したところ、反応の進行とともに原料が溶解した。そのまま 3 時間攪拌した後トルエン 50 ml を加え蒸留水 100 ml に注ぎ洗浄をした。更に有機層に無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥し、減圧下溶媒を除去した後、シリカゲルでカラム精製(溶剤: トルエン/酢酸エチル)し、淡黄色★

\*酸ナトリウムを加えて乾燥し、減圧下溶媒を除去した後、シリカゲルでカラム精製(溶剤: トルエン/塩化メチレン)し、淡黄色油状のシラン化合物(150) 12.1 g を得た。得られたシラン化合物の IR 吸収スペクトルを図 10 に示す。

【0153】

【化 15】

※た後、シリカゲルでカラム精製(溶剤: トルエン)し、更に再結晶法により精製し下記構造式で示されるビニル基含有エステル(1) 5.2 g を得た(融点 107~109°C、白色結晶)。得られた化合物の IR 吸収スペクトルを図 11 に示す。

【0155】

【化 16】

30★油状のシラン化合物(111) 7.1 g を得た。得られたシラン化合物の IR 吸収スペクトルを図 12 に示す。

(実施例 117~124) 実施例 2~9 と同様にシラン化合物(111)、(150)についても、電荷輸送材料、電荷発生材料の組合せを下記表 23 の様に変え、電子写真感光体を作成し評価を行った。

【0157】

【表 23】

実施例	化合物 No.	電荷発生材料	電荷輸送材料	画質	
				1枚コピー後	2000枚コピー後
117	111	CG-1	CT-1	良好	良好
118	111	CG-2	CT-1	良好	良好
119	111	CG-3	CT-1	良好	良好
120	111	CG-4	CT-1	良好	良好
121	150	CG-1	CT-1	良好	良好
122	150	CG-2	CT-1	良好	良好
123	150	CG-3	CT-1	良好	良好
124	150	CG-4	CT-1	良好	良好

【0158】表からわかるように、本実施例は、溶解性、成膜性、相溶性に優れたシラン化合物を用いている

ため、強固な膜を有し、このため優れた機械的強度及び繰り返し安定性を有し、且つ高感度であることがわか

る。

(実施例125～128) 実施例16～29と同様にシラン化合物(111)、(150)についても、バインダーの組合せを下記表24の様に変え、電子写真感光体を作成し評価を行った。

【0159】

【表24】

実施例	化合物No	CTL バインダー	画質	
			1枚コピー後	2000枚コピー後
125	111	(IV)	良好	良好
126	111	(V)	良好	良好
127	150	(IV)	良好	良好
128	150	(V)	良好	良好

\*

\*【0160】表からわかるように、バインダーとの組み合わせにおいても、強固な膜を有し、このため優れた機械的強度及び繰り返し安定性を有し、且つ高感度な電子写真感光体が得られることがわかる。

【0161】(実施例129～144)一般式(I)で表される化合物、フッ素含有化合物、触媒の組合せを表25の様に変え、実施例1と同様に電子写真用感光体を作製し、評価した。結果を表26に示す。

【0162】

10 【表25】

実施例	化合物No	フッ素含有化合物	触媒
129	111	PTFE	1N-HCl
130	111	CF <sub>3</sub> CF <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OMe	"
131	111	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOMe	"
132	111	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOH	—
133	111	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	—
134	111	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	1N-HCl
135	111	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>	"
136	111	CF <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>	"
137	150	PTFE	1N-HCl
138	150	CF <sub>3</sub> CF <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OMe	"
139	150	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOMe	"
140	150	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOH	—
141	150	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	—
142	150	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	1N-HCl
143	150	F(CF <sub>2</sub> ) <sub>6</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>	"
144	150	CF <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Si(OMe) <sub>3</sub>	"

【0163】

※※【表26】

実施例	1万枚コピー後の状態			
	コピー画質	感光体磨耗量 (nm)	感光体表面状態	感光体付着物
129	良好	430	良好	無し
130	良好	642	良好	無し
131	良好	453	良好	無し
132	良好	527	良好	無し
133	良好	405	良好	無し
134	良好	254	良好	無し
135	良好	91	良好	無し
136	良好	232	良好	無し
137	良好	411	良好	無し
138	良好	625	良好	無し
139	良好	423	良好	無し
140	良好	509	良好	無し
141	良好	416	良好	無し
142	良好	225	良好	無し
143	良好	65	良好	無し
144	良好	210	良好	無し

【0164】表26の結果より明らかなように、一般式50(I)で表される化合物とフッ素含有化合物とを含有し

た実施例の電子写真感光体はいずれも強固な膜が形成され、耐久性、環境安定性が極めて優れており、且つ高感度であることがわかる。即ち、フッ素含有化合物との組み合わせにおいて、より効果の向上がみられることがわかった。

【0165】

【発明の効果】本発明は、溶解性、成膜性、相溶性に優れた化合物を用いるので、強固な膜が形成され、機械的強度が向上した高感度で環境安定性に優れた電子写真感光体を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】合成例1で合成されたシラン化合物のIR吸収スペクトルである。

【図2】合成例2で合成されたシラン化合物のIR吸収スペクトルである。

【図3】合成例3で合成されたシラン化合物のIR吸収スペクトルである。

【図4】合成例4で合成されたシラン化合物のIR吸収

スペクトルである。

【図5】合成例5で合成されたシラン化合物のIR吸収スペクトルである。

【図6】合成例6で合成されたシラン化合物のIR吸収スペクトルである。

【図7】合成例7で合成されたシラン化合物のIR吸収スペクトルである。

【図8】合成例8で合成されたシラン化合物のIR吸収スペクトルである。

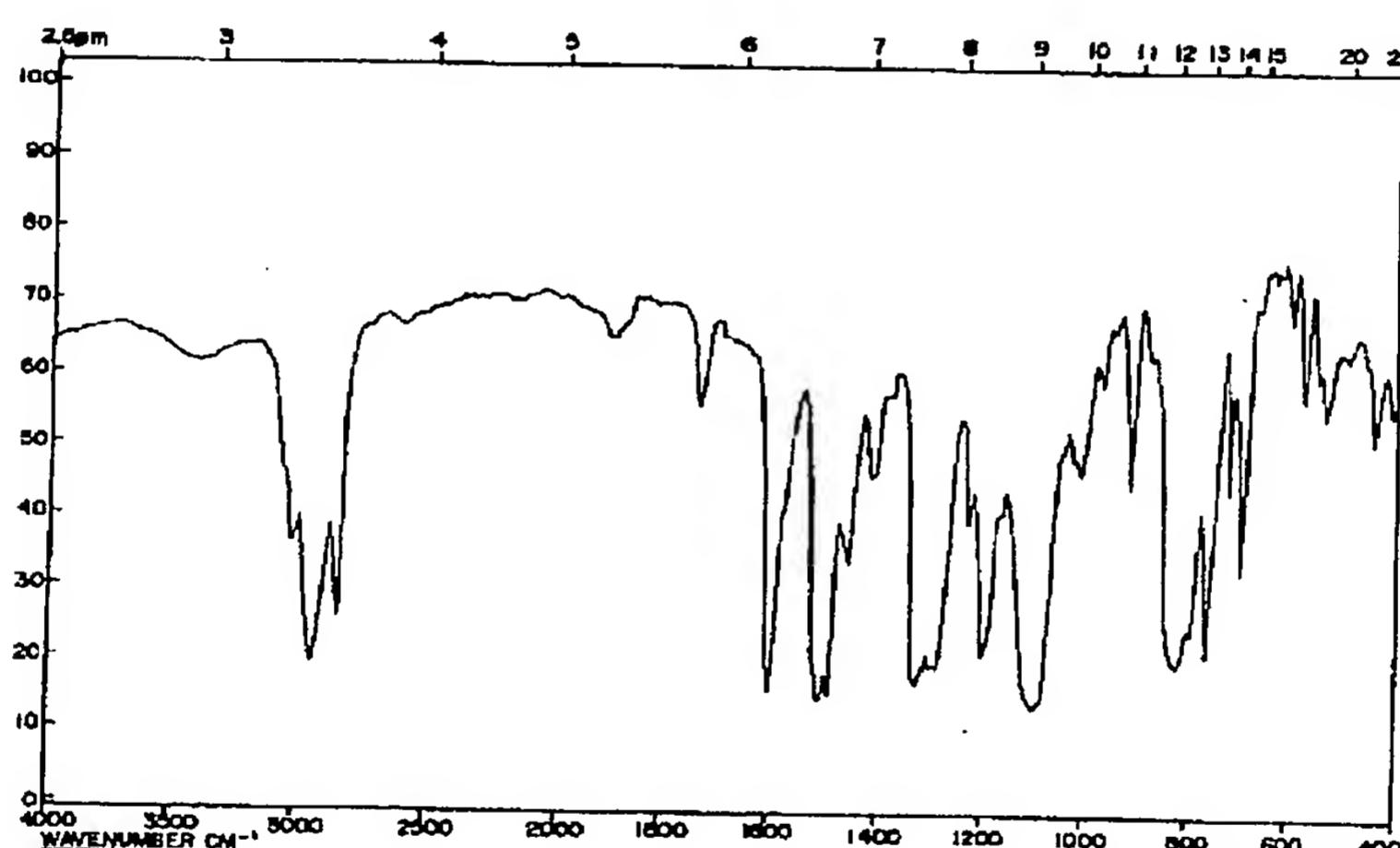
10 【図9】合成例13で合成されたシラン化合物のIR吸収スペクトルである。

【図10】合成例14で合成されたシラン化合物のIR吸収スペクトルである。

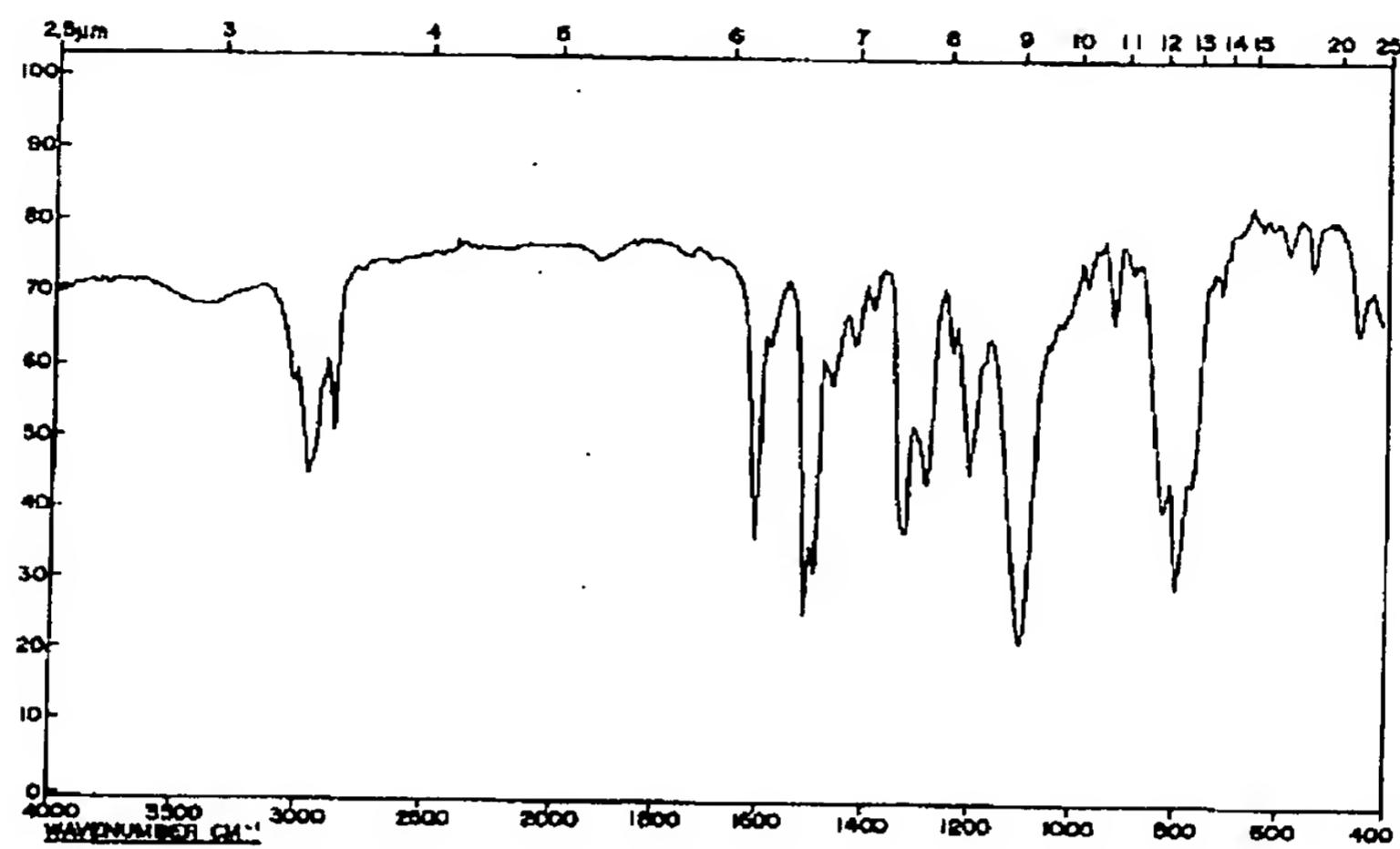
【図11】合成例15で合成された中間体であるビニル基含有エステル化合物のIR吸収スペクトルである。

【図12】合成例15で合成されたシラン化合物のIR吸収スペクトルである。

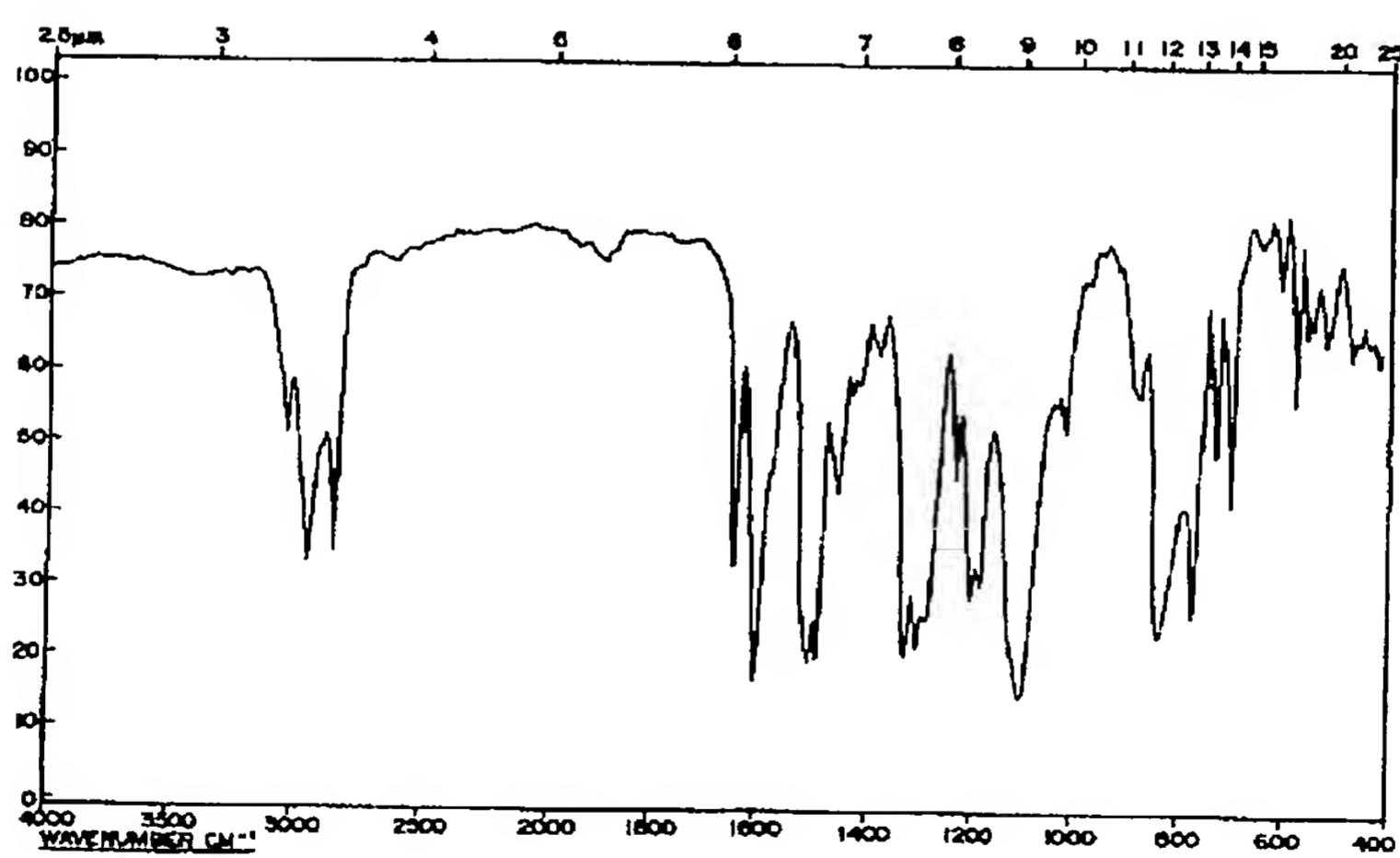
【図1】



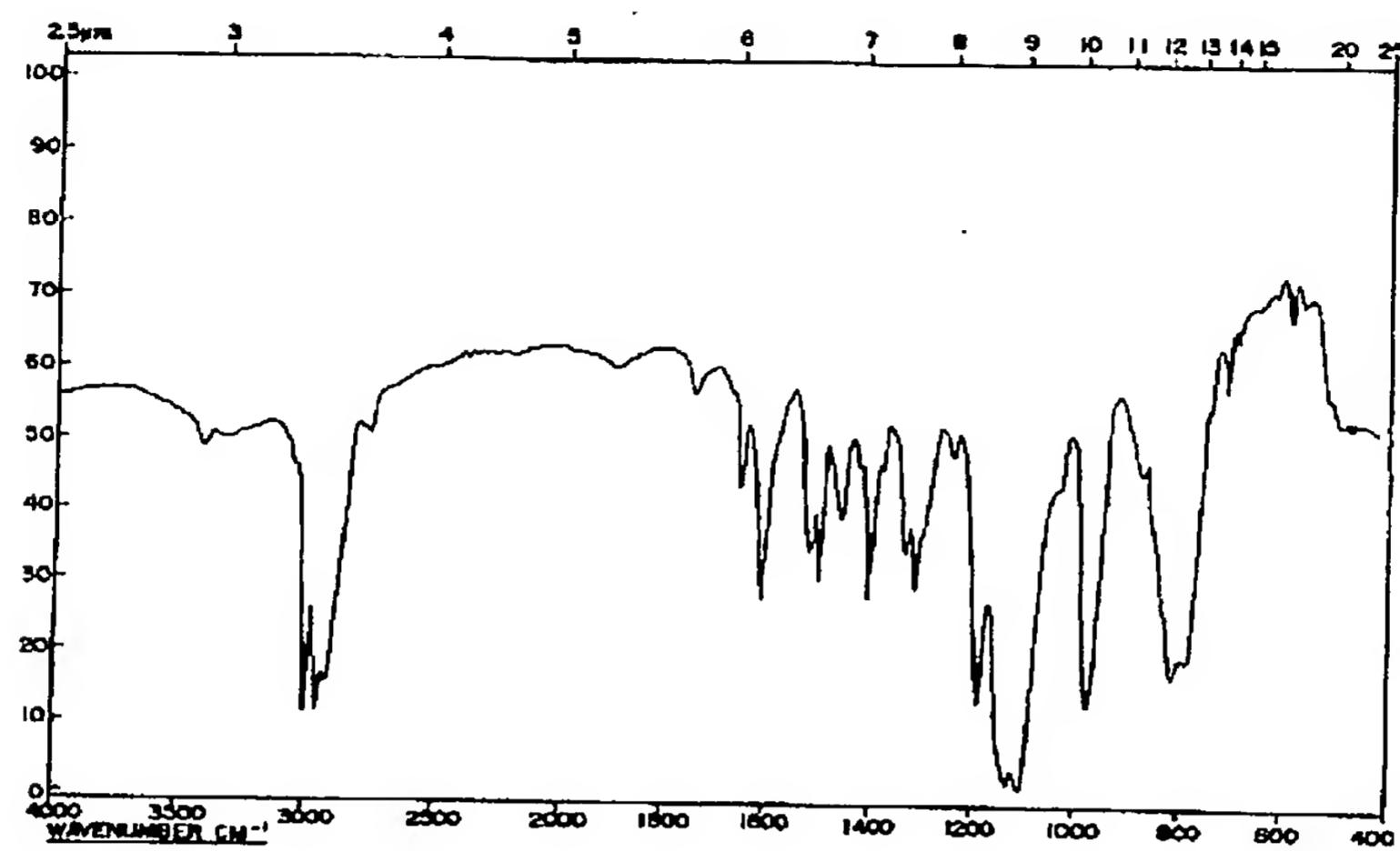
【図2】



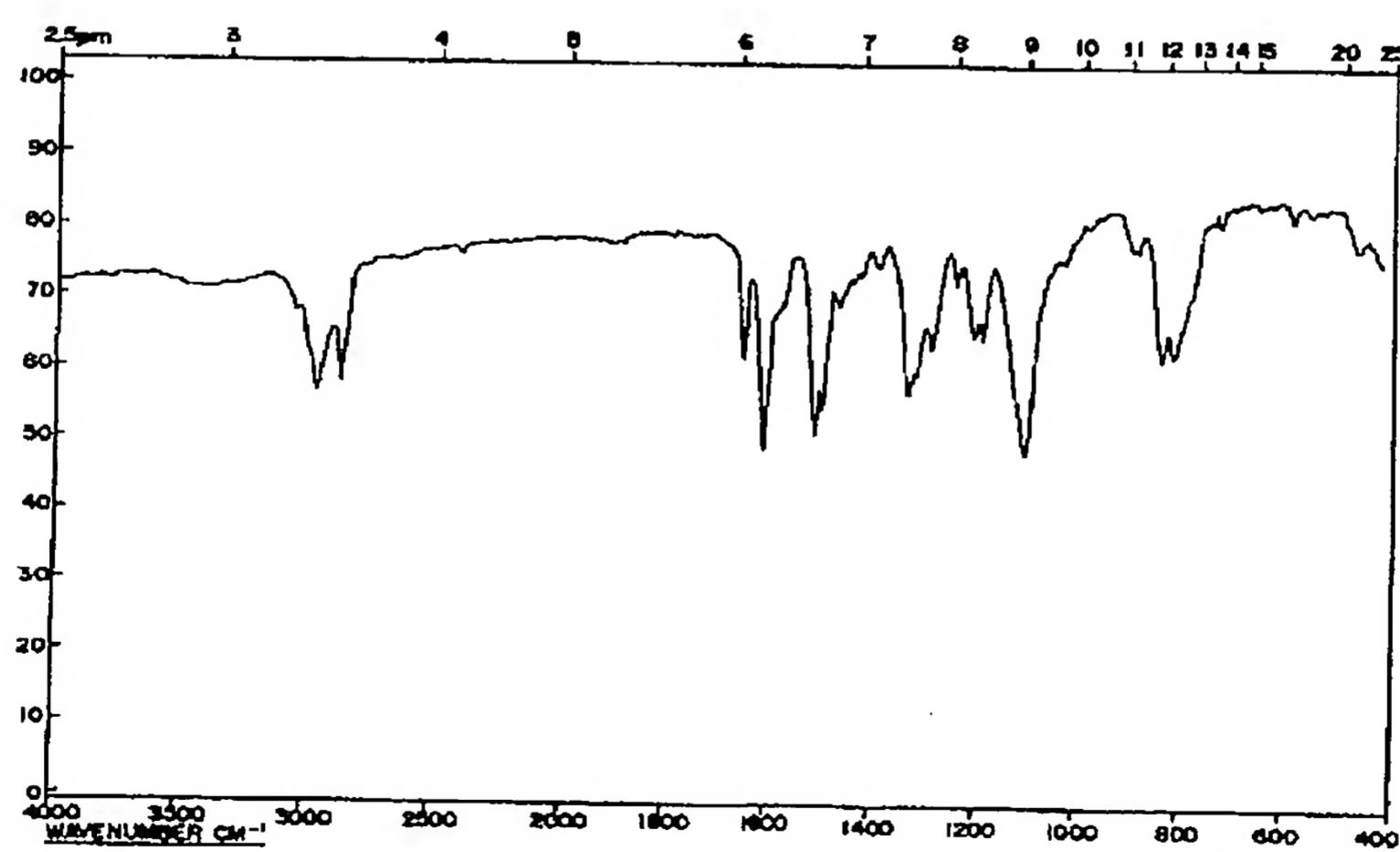
【図3】



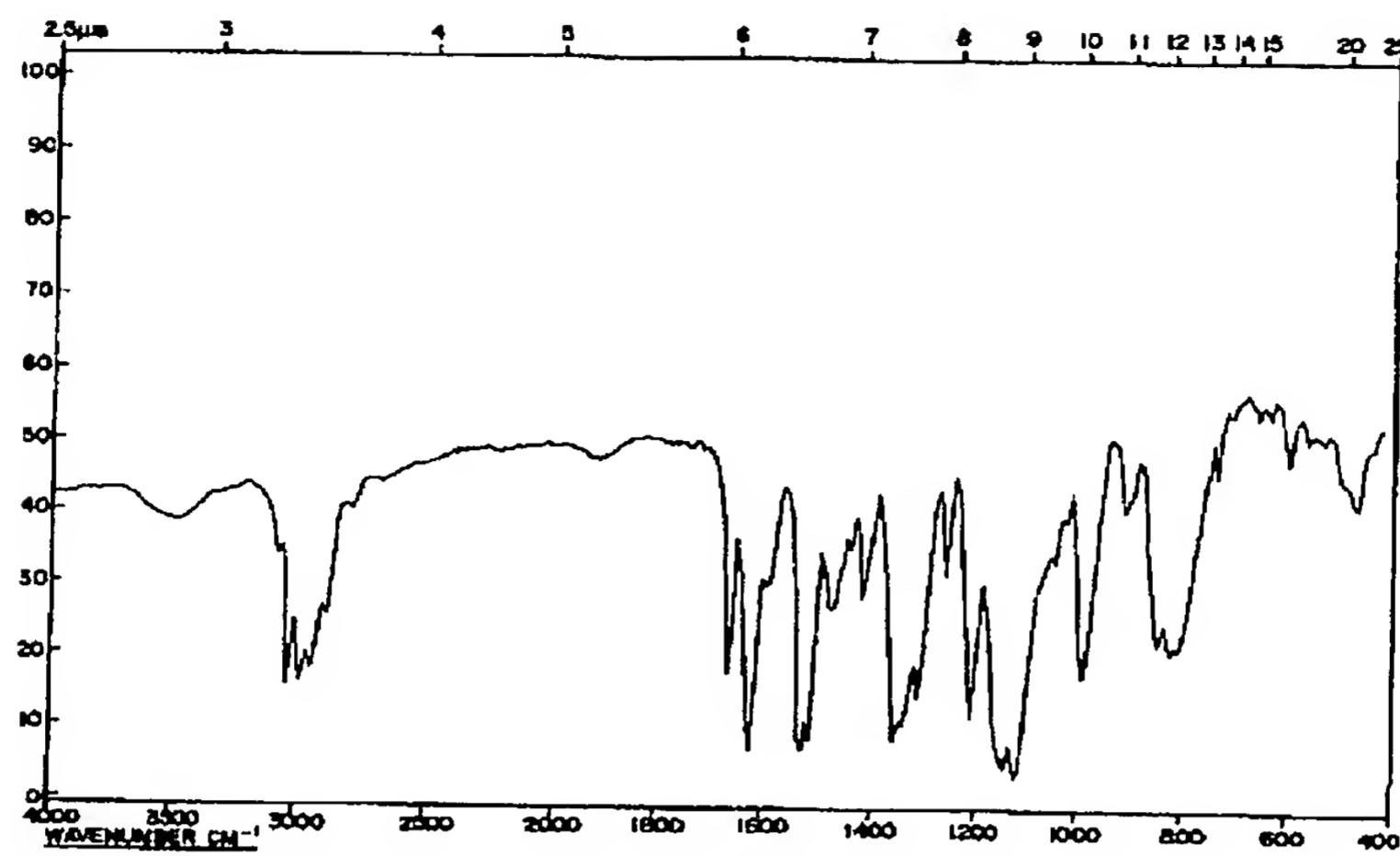
【図4】



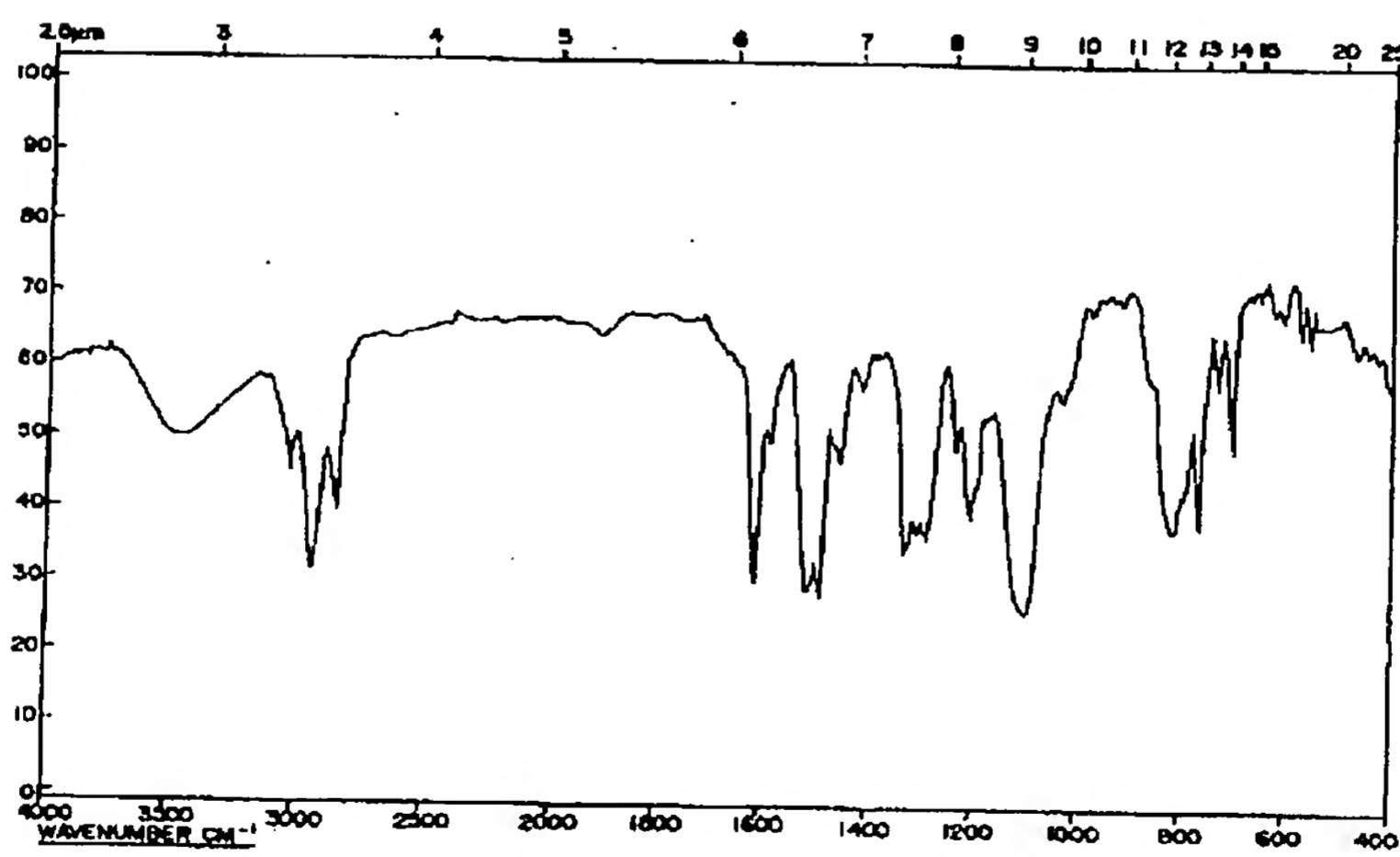
【図5】



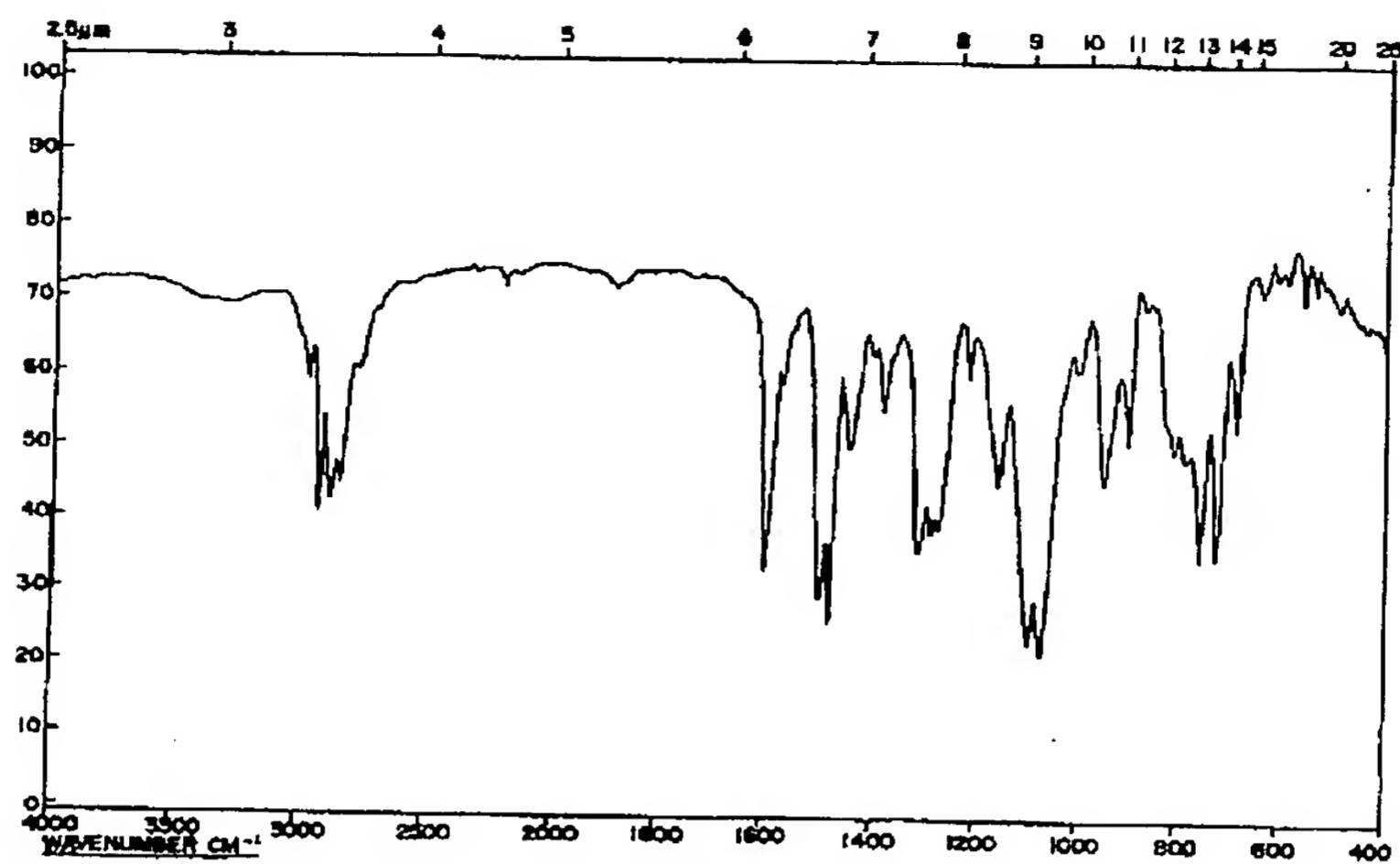
【図 6】



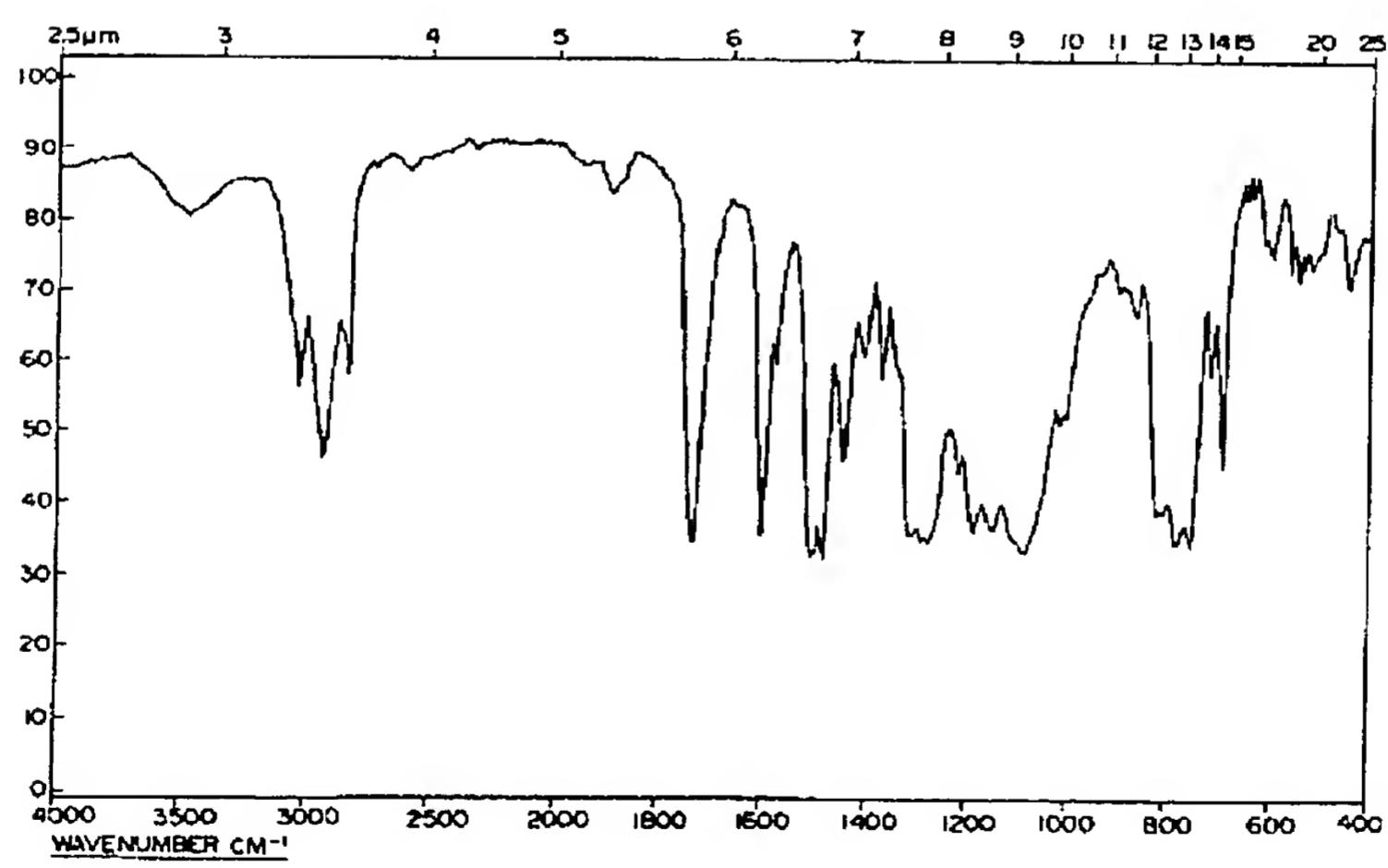
【図 7】



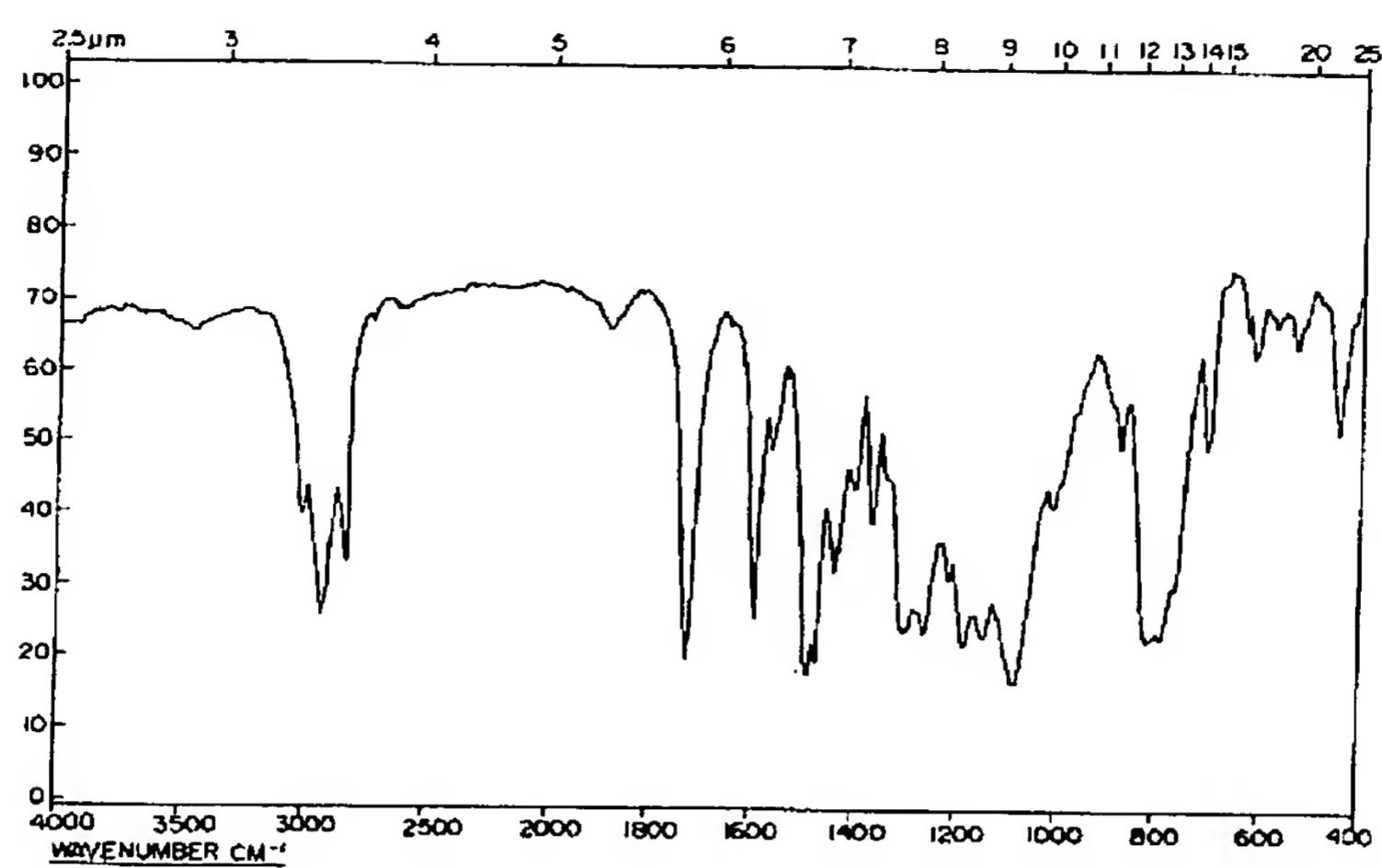
【図8】



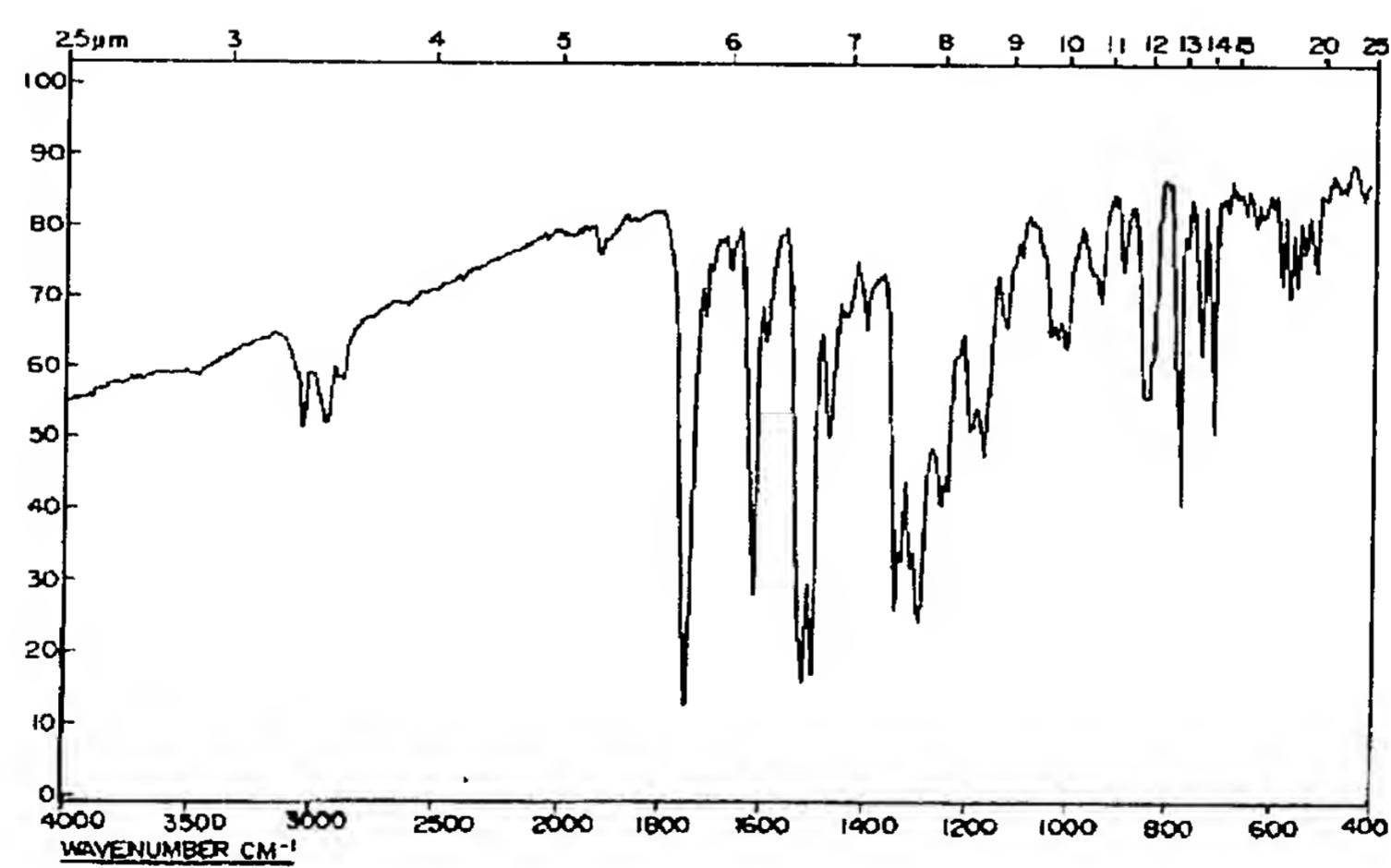
【図9】



【図10】



【図11】



【図12】

